



**SKRIPSI –TK091383**

**KARBONISASI LIGNIN SEBAGAI MATERIAL  
*GRAPHITE* DAN *GRAPHENE***

**Oleh :**

**Fahmi Reza Wijanarko  
2313100123**

**Deninta Nur Iwana  
2313100162**

**Dosen Pembimbing:  
Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.  
NIP. 19750306 200212 2 002**

**Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.  
NIP. 19890106 201504 2 002**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2017**



**FINAL PROJECT –TK091383**

**CARBONIZATION OF LIGNIN  
INTO GRAPHITE AND GRAPHENE MATERIAL**

**Authors :**

**Fahmi Reza Wijanarko**  
**2313100123**

**Deninta Nur Iwana**  
**2313100162**

**Advisors:**

**Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.**  
**NIP. 19750306 200212 2 002**

**Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.**  
**NIP. 19890106 201504 2 002**

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT  
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2017**

**LEMBAR PENGESAHAN**  
**KARBONISASI LIGNIN SEBAGAI MATERIAL**  
**GRAPHITE DAN GRAPHENE**

**TUGAS AKHIR**






Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar  
Sarjana Teknik Pada Program Studi S-1 Jurusan Teknik Kimia  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

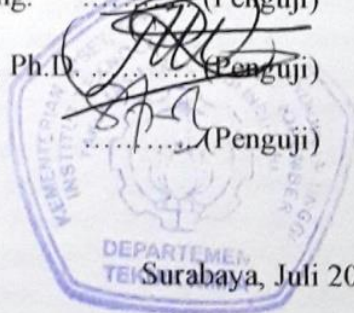
Oleh:

Fahmi Reza Wijanarko                      2313100123

Deninta Nur Iwana                      2313100162

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T....  (Pembimbing)
2. Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T  (Pembimbing)
3. Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.  (Penguji)
4. Prof. Ir. Renanto Handogo, MSc., Ph.D. ....  (Penguji)
5. Dr. Siti Machmudah, S.T., M.T.  (Penguji)



Surabaya, Juli 2017

## KARBONISASI LIGNIN SEBAGAI MATERIAL GRAPHITE DAN GRAPHENE

Nama : Fahmi Reza Wijanarko (2313100123)  
Deninta Nur Iwana (2313100162)  
Departemen : Teknik Kimia FTI-ITS  
Pembimbing : Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.  
Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk memurnikan alkali-lignin menjadi serbuk lignin dengan metode *precipitation*, dan membuat karbon dari serbuk lignin sebagai bahan baku *graphite* dan *graphene* dengan metode kalsinasi. Lignin yang digunakan berasal dari produk samping proses delignifikasi *lignoselulosa* pada sabut kelapa menggunakan larutan NaOH, sehingga didapatkan larutan Na-Lignin, atau biasa disebut dengan alkali-lignin. Untuk memisahkan lignin dari alkali-nya dilakukan proses pencampuran alkali-lignin dengan 1,5 M HCl di dalam *centrifuge* selama 15 menit. Selanjutnya endapan lignin yang terbentuk dicuci dengan aquades dengan variabel 2, dan 4 kali pencucian. Endapan lignin yang telah dicuci kemudian dikeringkan di dalam *oven* pada suhu 80°C selama  $\pm 12$  jam hingga terbentuk serbuk lignin. Kemudian serbuk lignin didinginkan di dalam desikator selama  $\pm 2$  jam, lalu diayak dengan ayakan ukuran 230 mesh. Serbuk lignin yang telah terbentuk kemudian dilakukan proses karbonisasi (metode kalsinasi) dengan memasukkannya ke dalam *tubular furnace* bertemperatur 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C sambil dialirkan gas nitrogen dengan laju 50 mL/menit sehingga tidak terdapat oksigen di dalam *tubular furnace*. Berdasarkan hasil analisa gugus fungsi dengan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), dapat disimpulkan bahwa sampel yang didapat (variabel 4 kali pencucian) adalah lignin murni. Serbuk lignin dan serbuk karbon yang terbentuk dianalisis sifat kristalnya dengan *X-Ray Diffraction* (XRD), dan didapatkan bahwa serbuk lignin dengan

pencucian 2 kali masih terdapat NaCl dalam jumlah besar, sedangkan pada variabel pencucian 4 kali dapat menghasilkan lignin murni tanpa adanya NaCl lagi. Selain itu berdasarkan pola XRD hasil karbonisasi temperatur 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C menunjukkan tidak ada *graphite* yang terkandung pada sampel-sampel tersebut. Kapasitansi terbesar hasil analisa *Voltammetry Cyclic* (CV) dimiliki oleh lignin pencucian 2 kali sebesar 64,968 F/g. Luas permukaan terbesar hasil analisa *Brunauer Emmett and Teller* (BET) dimiliki oleh karbon 900°C pada variabel pencucian 4 kali sebesar 214,721 m<sup>2</sup>/g.

**Kata Kunci:** kalsinasi, karbonisasi, lignin, *precipitation*.

## ***CARBONIZATION OF LIGNIN AS MATERIAL FOR GRAPHITE AND GRAPHENE***

***Name*** : Fahmi Reza Wijanarko (2313100123)  
Deninta Nur Iwana (2313100162)  
***Department*** : Chemical Engineering FTI-ITS  
***Supervisor*** : Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.  
Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

### ***ABSTRACT***

*The purpose of this study is to purify alkali-lignin into lignin powder by precipitation method, and to make carbon from lignin powder as graphite and graphene raw material using calcination method. Lignin that used are from the side product of lignoselulose delignification of coconut shell using NaOH solution, that produce Na-Lignin solution, often called alkali-lignin. To seperate lignin from its alkaline, mixing of alkali-lignin solution with 1,5 M HCl in centrifuge within 15 minutes are conducted. After that, the lignin is taken then it is put in oven at 80°C for ±12 hours to be dried until it forms lignin powder. Then it is cooled in desiccator for ±2 hours, and shifted within 230 mesh size. Then followed by carbonization process to produce carbon from lignin powder with oxygen-free atmosphere (calcination method), which is putting the lignin powder into a tubular furnace at 300°C, 500°C, 700°C, and 900°C temperature along with nitrogen gas flow (50 mL/minute), so the calcination process could be occured (oxygen-free atmosphere) in tubular furnace. According to functional group Fourier Transform Infra-Red (FTIR) analysis, conclude that the sample is a pure lignin (4 times purification by aquadest). Crystallinity of lignin powder and carbon lignin are analyzed by using X-Ray Diffraction (XRD), given that lignin powder that proceed with only 2 times of purification are still contain abundant NaCl, meanwhile the lignin powder that proceed with 4 times of purification could produce a pure lignin without NaCl. And according to XRD patterns that*

*given on carbonized lignin at temperature of 300°C, 500°C, 700°C, and 900°C show that there are no graphite patterns within it. Using voltammetry cyclic (CV) method to observe ammount of the capacitance, the biggest result comes from lignin with 2 times purification about 64,968 F/g. According to surface area analysis by using Brunauer Emmet and Teller (BET), the biggest result comes from carbonized lignin at 900°C using 4 times purification, which is 214,721 m<sup>2</sup>/g.*

**Keywords:** carbonization, lignin, precipitation, pyrolysis.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Kuasa yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga kami dapat menuliskan proposal skripsi yang berjudul ***Karbonisasi Lignin Sebagai Material Graphite dan Graphene*** dan menyelesaikan proposal ini tepat pada waktunya.

Selama penyusunan proposal ini, kami banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, serta bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu Dr. Widiyastuti, S.T., M.T selaku Kepala Laboratorium Elektrokimia dan Korosi serta selaku dosen pembimbing 1, atas bimbingan dan dukungan yang telah diberikan.
2. Ibu Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T selaku dosen pembimbing 2, atas bimbingan dan dukungan yang telah diberikan.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng selaku dosen Laboratorium Elektrokimia dan Korosi, atas bimbingan dan dukungan yang telah diberikan.
4. Orang tua serta saudara-saudara kami, atas doa, bimbingan, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
5. Bapak Juwari, S.T., M.Eng., Ph.D., selaku Ketua Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
6. Bapak Setiyo Gunawan, S.T Ph.D selaku Sekretaris II Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
7. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia ITS.
8. Teman-teman di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi Teknik Kimia (Arika, Irsan, Reko, Pras, Riso, Oky, Filla, Ryan, Giska, Ida, Wenny, Lila, Winny, Vincent, Tiara,



Abid, Mbak Mara, Mas Puma, Mbak Linda, Mbak Puspita, dan Mas Fahmi), serta teman-teman K-53 atas saran, kritik dan dukungannya.

Kami menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan proposal skripsi ini, dan membutuhkan saran yang konstruktif demi kesempurnaan laporan ini.

Surabaya, Juli 2017  
Penyusun

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	i
<i>ABSTRACT</i>	iii
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Perumusan Masalah	2
I.3 Tujuan Penelitian	3
I.4 Manfaat Penelitian	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
II.1 Lignin	5
II.2 Ekstraksi Lignin	7
II.2.1 Sulfur Lignin	8
II.2.2 Sulfur-Free Lignin	9
II.3 Metode <i>Precipitation</i>	9
II.4 Proses Karbonisasi (Metode Kalsinasi)	10
II.5 <i>Graphite</i> dan <i>Graphene</i>	10
II.5.1 <i>Graphite</i>	10
II.5.1 <i>Graphene</i>	11
II.6 Karakteristik Gugus Fungsi Lignin	12
II.7 Voltametrik Siklik	13
II.8 Penelitian Terdahulu	14
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
III.1 Gambaran Umum	15
III.2 Bahan Penelitian	15
III.3 Metodologi Penelitian	16
III.3.1 Proses Delignifikasi	16
III.3.2 Proses Pemurnian Larutan Alkali-Lignin	18
III.3.3 Proses Karbonisasi Serbuk Lignin	20

III.4 Karakterisasi Produk	21
III.4.1 Karakterisasi Kristalinitas Serbuk Lignin dan Karbon dengan Analisa <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	22
III.4.2 Karakterisasi Luas Permukaan dan Porositas Serbuk Lignin dan Karbon dengan Analisa Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen	23
III.4.3 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	23
III.4.4 Karakterisasi Kinerja Elektrokimia Serbuk Lignin dan Karbon dengan Analisa <i>Cyclic Voltammetry</i> (CV)	24
III.4.5 Karakterisasi Dekomposisi Serbuk Lignin dengan Analisa <i>Thermal Gravimetric</i> (TGA)	24
III.4.6 Karakteristik Morfologi Partikel Karbon dengan Analisa <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	25
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
IV.1 Massa Sabut Kelapa Terhadap Massa Lignin yang Terbentuk	27
IV.2 Gugus Fungsi Serbuk Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin	29
IV.3 Pengaruh Pencucian dalam Proses <i>Precipitation</i> Terhadap Komposisi dan Struktur Kristal Produk yang Didapat	31
IV.4 Analisa <i>X-Ray Diffraction</i> pada Karbon Hasil Kalsinasi Lignin	33
IV.5 Analisa Dekomposisi Lignin dengan <i>Thermal Decomposition</i>	35
IV.6 Kinerja Elektrokimia Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin	36
IV.7 Analisa Luas Permukaan Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin	42

IV.8 Morfologi Partikel Karbon Hasil Kalsinasi	43
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
V.1 Kesimpulan	45
V.2 Saran	45
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	xiv
<b>BIOGRAFI PENULIS</b>	xviii

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

## DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Tiga Komponen Utama Monolignol dan Nomenklatur Atom C	6
Gambar II.2	Ikatan Utama dalam Struktur Lignin pada <i>Softwood</i>	6
Gambar II.3	Proses Ekstraksi Lignin	8
Gambar II.4	Spektrum FTIR Serbuk Lignin oleh Chaudary	13
Gambar II.5	Contoh Voltamogram, Voltametri Siklik dengan Sistem Reversibel	14
Gambar III.1	<i>Block Diagram</i> Proses Delignifikasi	17
Gambar III.2	Skema Peralatan Proses Pemurnian Menggunakan Metode <i>Precipitation</i>	18
Gambar III.3	<i>Block Diagram</i> Proses Pemurnian Menggunakan Metode <i>Precipitation</i>	19
Gambar III.4	Skema Peralatan Proses Karbonisasi Serbuk Lignin	20
Gambar III.5	<i>Block Diagram</i> Proses Karbonisasi Serbuk Lignin	21
Gambar IV.1	Grafik Massa Sabut Kelapa Terhadap Massa Serbuk Lignin	28
Gambar IV.2	Tampak Fisik Tabung <i>Centrifuge</i> pada Waktu 10 Menit (a), 15 Menit (b), dan 20 Menit (c)	29
Gambar IV.3	Spektrum FTIR Sampel Lignin (a), Karbon Hasil Kalsinasi Lignin pada Temperatur 300°C (b), 500°C (c), 700°C (d), 900°C (e)	30
Gambar IV.4	Spektrum FTIR Sampel Karbon 900°C (a), Karbon Komersial (b), dan <i>Graphite</i> (c)	31
Gambar IV.5	Pola XRD Serbuk Lignin dengan Pencucian 2 Kali (a), Pencucian 4 Kali (b), dan NaCl (c)	32
Gambar IV.6	Pola XRD Lignin Murni	33
Gambar IV.7	Pola XRD Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin Pencucian 2 Kali	34
Gambar IV.8	Pola XRD Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin Pencucian 4 Kali	34

Gambar IV.9	Pola XRD <i>Graphite</i>	35
Gambar IV.10	Kurva Dekomposisi Lignin Menggunakan <i>Thermal Gravimetric Analysis</i>	36
Gambar IV.11	Voltamogram Tegangan Negatif (Kiri) dan Positif (Kanan) dari Lignin Pencucian 2 Kali (a), Karbon 300°C (b), Karbon 500°C (c), Karbon 700°C (d), dan Karbon 900°C (e)	38
Gambar IV.12	Voltamogram Tegangan Negatif (Kiri) dan Positif (Kanan) dari Lignin Pencucian 4 Kali (a), Karbon 300°C (b), Karbon 500°C (c), Karbon 700°C (d), dan Karbon 900°C (e)	40
Gambar IV.13	Grafik Perbandingan Kapasitansi Pencucian 2 Kali dan Pencucian 4 Kali	42
Gambar IV.14	Hasil Uji SEM Karbon Hasil Kalsinasi Lignin Temperatur 900°C dengan Perbesaran 500x (a), 1.000x (b), 10.000x (c), dan 20.000x (e)	44

## DAFTAR TABEL

Tabel II.1	Komponen Lignin, Hemiselulosa, dan Selulosa pada Beberapa Tipe Tanaman	5
Tabel II.2	Karakteristik Lignin Berdasarkan Kandungan Sulfur	8
Tabel II.3	Data Spektrum FTIR Lignin	12
Tabel II.4	Penelitian Terdahulu	14
Tabel IV.1	Data Kuantitatif Percobaan	27
Tabel IV.2	Kapasitansi Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin	41
Tabel IV.3	Luas Permukaan Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin	43



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

# BAB I

## PENDAHULUAN

### I.1 Latar Belakang

Kebutuhan kertas meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah penduduk. Menurut data yang diperoleh dari Kementerian Perindustrian, kebutuhan *pulp* dan kertas diperkirakan akan naik menjadi 490 juta ton pada tahun 2020, sedangkan kapasitas terpasang industri *pulp* di Indonesia pada tahun 2017 diperkirakan meningkat menjadi 10 juta ton dan industri kertas meningkat menjadi 17 juta ton. Meningkatnya perkembangan industri *pulp* dan kertas di Indonesia membawa dampak terhadap permasalahan lingkungan yang disebabkan oleh pengolahan limbah yang kurang optimal. Salah satu limbah industri *pulp* dan kertas adalah lignin. Lignin dipisahkan karena menyebabkan penambahan kekuatan terhadap struktur dinding sel yang akan membuat kontur kaku dan keras pada kertas. Pada industri *pulp* dan kertas, 95% lignin langsung dibuang dengan proses pembakaran karena lignin sulit untuk diolah, dimana lignin merupakan fluida *non-newtonian* yang memiliki karakteristik fluida *dilatant*. Fluida *dilatant* adalah fluida yang cenderung viskositasnya meningkat seiring bertambahnya gradien kecepatan (*shear rate*) [1].

Keberadaan lignin sangat melimpah di alam yang mana merupakan komponen polimer organik kedua terbanyak di bumi setelah selulosa. Ketersediaan lignin mencapai 300 milyar ton, yang bertambah setiap tahunnya sekitar 20 milyar ton, namun hanya 2% yang digunakan secara komersil [2]. Jenis lignin yang didapatkan berbeda-beda tergantung pada metode delignifikasi yang digunakan untuk memisahkan lignin dari selulosa dan hemiselulosa, dan juga berdasarkan jenis tanaman yang digunakan. Metode yang biasa digunakan pada tanaman *softwood* seperti sabut kelapa dan *bagasse* yaitu dengan penambahan larutan alkali sehingga dihasilkan larutan soda lignin (alkali-lignin). Salah satu proses pemurnian alkali-lignin adalah dengan

metode *precipitation*. Proses pemurnian alkali-lignin pada umumnya sulit untuk dilakukan sehingga diperlukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui kondisi optimum pemurnian alkali-lignin menjadi lignin solid murni.

Berdasarkan hipotesis Antoine Duval dan Martin Lawoko (2014) [3], lignin dapat dimanfaatkan menjadi barang bernilai tinggi antara lain sebagai bahan baku *graphite* dan *graphene*, adsorben, *precursor*, *carbon fiber*, *polymer blends*, dan lain-lain. Selain itu lignin dapat dimanfaatkan menjadi bahan bakar, perekat, biosida, aditif kertas, aditif semen, dispersan, kosmetik, *lubricant*, serta zat pewarna [4].

Salah satu pemanfaatan lignin yang menjanjikan adalah pembuatan karbon. Lignin mengandung karbon sebanyak  $\pm 60\%$ . Dalam beberapa tahun belakangan ini material karbon memegang peranan yang cukup besar karena karbon memiliki ikatan kimia yang stabil dan kemampuannya dalam mengikat berbagai macam atom. *Graphene* merupakan alotrop karbon berbentuk lembaran tipis, memiliki konduktivitas termal lima kali lebih besar dibanding tembaga namun berat materialnya empat kali lebih rendah, memiliki kekuatan hingga lima puluh kali lipat kekuatan baja, dan memiliki luas permukaan yang sangat tinggi yaitu hingga  $2.500 \text{ m}^2/\text{g}$  [5].

Oleh sebab itu, dikembangkan penelitian lebih lanjut untuk mengolah lignin menjadi material *graphite* dan *graphene* melalui metode *precipitation* dan proses karbonisasi (kalsinasi), dan untuk mengetahui kondisi optimum dari karbon yang dihasilkan untuk dijadikan sebagai *graphite* atau *graphene* yang aplikasinya adalah menjadi elektroda.

## **I.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan uraian di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memurnikan alkali-lignin menjadi serbuk lignin dengan metode *precipitation*.

2. Mendapatkan karbon dari serbuk lignin dengan metode kalsinasi.

### **I.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memurnikan alkali-lignin menjadi serbuk lignin dengan metode *precipitation*.
2. Membuat karbon dari serbuk lignin sebagai bahan baku *graphite* dan *graphene* dengan metode kalsinasi.

### **I.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah mendapatkan metode yang efisien untuk memurnikan lignin serta mendapatkan karbon dari serbuk lignin sebagai material *graphite* dan *graphene* yang salah satunya dapat dimanfaatkan untuk pembuatan elektroda *air battery*.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### II.1 Lignin

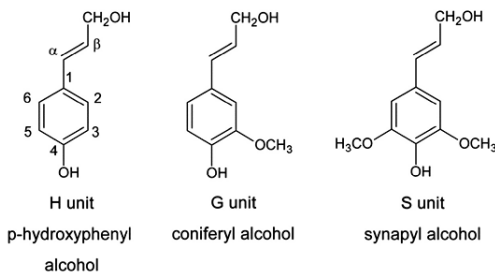
Lignin merupakan senyawa polimer alami terbanyak kedua setelah selulosa, dan pada umumnya dapat ditemukan dalam dinding sel spesies tanaman berkayu [6]. Lignin berasal dari senyawa biomassa *lignoselulosa* yang merupakan senyawa komposit biopolimer yang terdiri dari selulosa (30-93% *dry weight basis*), hemiselulosa (2-50% *dry weight basis*), lignin (1-49% *dry weight basis*) dan beberapa komponen lainnya (*xylose*, *arabinose*, *tannin*, dan lain-lainnya) [7]. Jumlah lignin berbeda-beda tergantung pada jenis tanamannya seperti yang ditunjukkan pada Tabel II.1 [8].

**Tabel II.1** Komponen Lignin, Hemiselulosa, dan Selulosa pada Beberapa Tipe Tanaman

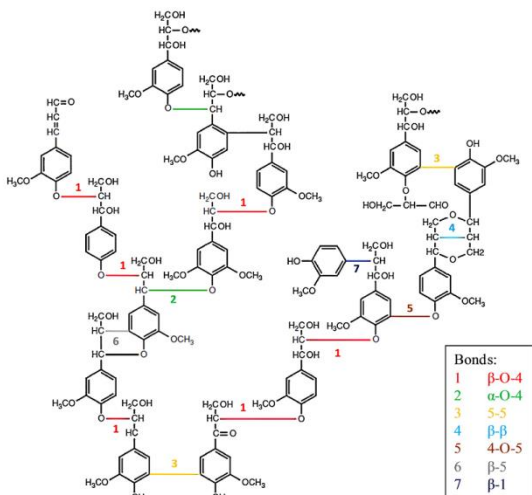
Source	(%) Lignin	Hemicellulose	Cellulose	Extract
Hardwood	16–24	25–35	43–47	2–8
Softwood	25–31	25–29	40–44	1–5
Bagasse	20	30	40	10
Coir	43–49	10–20	32–43	4
Corn cobs	15	35	45	5
Corn stalks	35	25	35	5
Cotton	1	2	95	0.4
Flax (retted)	2	21	71	6
Flax (unretted)	3	12	63	13
Hemp	6	22	70	2
Jute	13	14	71	2
Sisal	11	14	73	2
Wheat straw	15	50	30	5

Struktur lignin bergantung pada jenis tanaman dan monomer ligninnya (monolignol), dimana terdapat 3 komponen utama monomer gugus *phenylpropane* yang berulang yaitu *p-coumaryl alcohol* (H), *coniferyl alcohol* (G), dan *sinaphyl alcohol* (S) yang tertera pada Gambar II.1. Unit monomer tersebut terikat dengan variasi ikatan karbon-oksigen dan ikatan karbon-karbon, seperti  $\beta$ -O-4, 5-5, 4-O-5, dan  $\beta$ - $\beta$ , dimana  $\beta$ -O-4 merupakan

ikatan yang paling umum ditemukan. Kandungan dalam *softwood* lignin hanya terdiri dari *coniferyl alcohol*, *hardwood* lignin terdiri dari *coniferyl* dan *synapyl alcohol*, sedangkan *grass* lignin terdiri *p-hydroxyphenyl*, *coniferyl*, dan *synapyl alcohol* [3]. *Softwood* mengandung jumlah lignin terbanyak dibandingkan *hardwood*, dimana rasio S/G di *hardwood* dan di *softwood* adalah 2:1 dan 1:2-1:3 [7]. Untuk karakteristik utama ikatan lignin yang berasal dari *softwood* digambarkan pada Gambar II.2.



**Gambar II.1** Tiga Komponen Utama Monolignol dengan Nomenklatur Atom C



**Gambar II.2** Ikatan Utama dalam Struktur Lignin pada *Softwood*

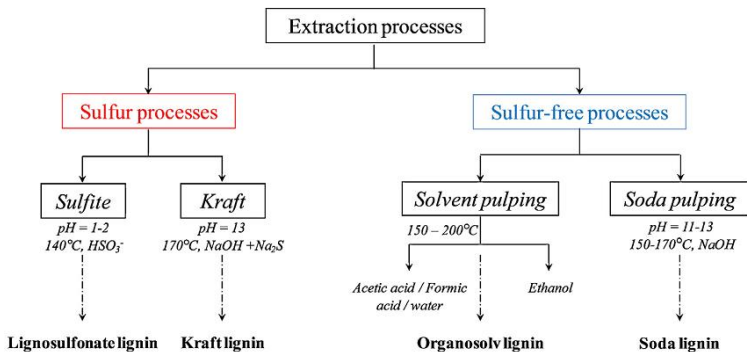
Lignin diklasifikasikan sebagai senyawa polimer amorf yang memiliki sifat termoplastis, yang menampilkan transisi *glass temperature* ( $T_g$ ) yang sangat bervariasi [7]. Dekomposisi struktur lignin bermula pada suhu yang relatif rendah, yaitu 150-275°C. Melalui tahapan pertama, yakni dekomposisi yang disebabkan dehidrasi grup hidroksil yang terletak pada grup benzil. Pembelahan  $\alpha$ - dan sambungan  $\beta$ -aril-alkil-ether berada pada suhu 150-300°C. Pada sekitar suhu 300°C, rantai alifatik mulai memisah dari cincin aromatis sementara pembelahan karbon-karbon diantara unit struktur lignin terjadi pada suhu 370-400°C [9].

Hingga saat ini lignin telah menjadi penyebab terbentuknya 30% karbon non-fosil di Bumi, dikarenakan lignin mengandung karbon sebesar 60% [2]. Dalam aplikasi kesehariannya, lignin memiliki peranan penting terhadap tanaman berkayu, karena dapat menambah kekuatan terhadap struktur dinding sel, mengontrol aliran fluida dengan cara meng-inhibisi degradasi enzimatik komponen lainnya [7]. Ketersediaan lignin mencapai 300 milyar ton di seluruh dunia, yang bertambah setiap tahunnya sekitar 20 milyar ton. Industri *pulp and paper* diperkirakan menghasilkan 50 juta ton lignin pada tahun 2010, namun hanya 2% yang digunakan secara komersial untuk formulasi dispersan, *adhesive*, surfaktan atau sebagai anti-oksidan pada plastik dan karet [7].

## **II.2 Ekstraksi Lignin**

Lignin dapat diekstrak dari bagian lignoselulosa secara fisika, kimiawi, serta secara biokimia. Ekstraksi lignin bergantung pada jenis sumber lignin yang digunakan, dimana jenis lignin tersebut mempengaruhi struktur lignin, kemurnian, dan properti lain yang berkaitan. Terdapat dua kategori proses ekstraksi lignin yaitu sulfur proses dan non-sulfur proses [10].









**Gambar II.3** Proses Ekstraksi Lignin

Berdasarkan kandungan sulfur didalamnya, lignin dapat diklasifikasikan menjadi lignin-sulfur dan sulfur-free lignin. Berikut karakteristik dari berat massa (rata-rata, dalam satuan  $\text{g mol}^{-1}$ ), *polydispersity index* dari polimer lignin, serta *glass temperature* ( $T_g$ , dalam satuan  $^{\circ}\text{C}$ ) yang ditampilkan pada Tabel II.2.

**Tabel II.2** Karakteristik Lignin Berdasarkan Kandungan Sulfur

Lignin type	Sulfur-lignins		Sulfur-free lignins	
	Kraft	Lignosulfonate	Soda	Organosolv
Aspect				
Raw materials	Softwood Hardwood	Softwood Hardwood	Annual plants	Softwood Hardwood Annual plants
Solubility	Alkali Organic solvents	Water	Alkali	Wide range of organic solvents
Number-average molar mass ( $M_n - \text{g mol}^{-1}$ )	1000–3000	15,000–50,000	800–3000	500–5000
Polydispersity	2.5–3.5	6–8	2.5–3.5	1.5–2.5
$T_g$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	140–150	130	140	90–110

### II.2.1 Sulfur Lignin

Kraft dan *lignosulfonate* lignin termasuk kedalam sulfur lignin (mengandung kurang dari 1 – 2% sulfur), yang pada umumnya diproduksi dari industri pulp dan kertas untuk mengekstrak lignin dari selulosa. Kraft menggunakan NaOH dan

$\text{Na}_2\text{S}$  sebagai media pelarut, sedangkan *lignosulfonate* menggunakan sulfite ( $\text{HSO}_3^-$ ) dan basa- kalsium, natrium, magnesium, atau amonium. Berat molekul kraft lignin berkisar antara 1000 – 3000  $\text{gmol}^{-1}$ . Sedangkan berat molekul *lignosulfonate* lebih tinggi dibandingkan kraft lignin, dan *lignosulfonate* larut dalam air dengan *polydispersity index* sebesar 6-8 [11].

## II.2.2 Sulfur-Free Lignin

Lignin yang bebas sulfur memiliki ukuran makromolekul yang rendah. Sulfur-free lignin dapat dibagi dua kategori utama, yaitu organosolv lignin (dari *solvent pulping*) dan soda lignin (dari *alkaline pulping*). Organosolv lignin pada umumnya merupakan lignin yang paling murni, dengan kualitas paling tinggi. Dimana organosolv sangat larut dalam pelarut organik namun tidak bisa larut dalam air (*hydrophobic*). Organosolv lignin dapat diambil dari pelarutnya dengan proses pengendapan. Pelarut organosolv yang paling umum digunakan adalah ethanol/air, asam asetat,  $\text{HCl}$ , dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Soda lignin didapat dari tanaman tertentu (*non-woody fibers*) seperti bagasse, gandum, dan sejenisnya. Dalam proses pembuatan soda lignin, pertama-tama lignin dilarutkan dengan larutan alkali pada kondisi yang sama dengan proses pembuatan kraft lignin, namun tanpa menggunakan  $\text{Na}_2\text{S}$  [12]. Depolimerisasi lignin terbentuk oleh pembelahan ikatan  $\beta\text{-O-4}$ , dimulai dari *phenolic* unit dan dilanjutkan dengan *non-phenolic* unit pada fasa degradasi lignin [13].

Metode lain dalam ekstraksi lignin adalah dengan hidrolisis. Terdapat 3 jenis metode hidrolisis, yaitu *acid hydrolysis*, *base hydrolysis*, dan *enzymatic hydrolysis*. Metode hidrolisis bekerja lebih baik dan memberikan yield lignin yang tinggi terutama dalam pengolahan *softwood* [7].

## II.3 Metode Precipitation

Pemurnian alkali-lignin menjadi serbuk lignin murni salah satunya dapat dilakukan dengan cara *precipitation*. Metode

*precipitation* merupakan metode yang banyak digunakan untuk menghasilkan endapan lignin dengan cara mereaksikan alkali-lignin dengan larutan asam sehingga terbentuk dua lapisan. Lapisan di bagian atas adalah larutan garam dan lapisan di bagian bawah adalah endapan lignin. Metode ini merupakan metode yang paling efisien untuk pemurnian lignin.

## **II.4 Proses Karbonisasi (Metode Kalsinasi)**

Proses karbonisasi lignin dilakukan dengan memanaskan serbuk lignin hingga 1000°C atau lebih. Namun dalam penelitian yang digunakan pada suhu 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C. Tujuan dari karbonisasi adalah untuk menghilangkan elemen-elemen, kecuali karbon, dan untuk mengubah struktur lignin. Pada proses ini terjadi pengurangan massa. Akibat kenaikan temperatur karbonisasi, tingkat karbon yang mengandung gugus fungsional seperti *carbonyl*, *carboxyl*, dan gugus *methoxy* menurun. Untuk mencegah pembakaran lignin, proses ini dilakukan dengan kondisi tanpa oksigen. Proses karbonisasi biasanya dilakukan dengan penambahan gas inert seperti gas argon atau gas nitrogen dengan peningkatan pemanasan sebesar 20°C hingga temperatur akhir tercapai, lalu dijaga pada kondisi isothermal pada temperatur akhir [14]. Pada penelitian ini digunakan gas nitrogen dengan laju 50 mL/menit.

## **II.5 Graphite dan Graphene**

### **II.5.1 Graphite**

*Graphite* adalah mineral yang dapat berasal dari batuan beku, sedimen, dan metamorf. Secara kimia, grafit sama dengan intan karena keduanya berkomposisi karbon, yang membedakannya adalah sifat fisik. Intan dikenal sangat keras, langka, dan transparan, sedangkan grafit lebih lunak, mudah ditemukan, dan opak. Grafit dapat terjadi secara proses magnetik awal, kontak magmatik, hidrotermal, metamorfogenik, dan residual[15]. Grafit umumnya berwarna hitam hingga abu-abu tembaga, kekerasan 1 – 2 (skala Mohs), berat jenis 2,1 – 2,3, tidak berbau dan tidak beracun, serta tidak mudah larut, kecuali dalam

asam hidroflorik atau aqua regia yang mendidih. Proses dekomposisi berlangsung lambat pada suhu 600°C dalam kondisi oksida atau pada suhu 3500°C bila kondisi bukan oksida. Grafit dibagi menjadi 2 jenis berdasarkan bahan bakunya, antara lain:

### 1. Grafit alam

Grafit alam adalah grafit yang diproduksi melalui ekstraksi biji grafit yang diperoleh dari tambang untuk menghasilkan grafit yang lebih murni. Serbuk grafit memiliki perbedaan ukuran dan kemurnian berdasarkan metode pemurnian yang digunakan (kimia dan fisika).

### 2. Grafit sintesis

Grafit sintesis disebut juga *artificial graphite*. Didapatkan melalui transformasi karbon menjadi grafit melalui sebuah proses industri yang disebut grafitisasi.

## II.5.2 *Graphene*

*Graphene* merupakan alotrop karbon dengan bentuk dua dimensi dan berikatan secara *hexagonal*. *Graphene* merupakan penyusun dasar dari alotrop karbon lainnya seperti *graphite*, *charcoal*, *carbon nanotubes* dan *fullerenes*. Panjang ikatan C – C pada *graphene* sebesar 1,42 Å, dengan ikatan yang kuat dalam satu bidang lapisan tetapi lemah antar lapisan lain. Luas permukaan dari satu lapisan *graphene* dapat mencapai 2630 m<sup>2</sup>/g, nilai ini jauh lebih besar dari carbon black 900 m<sup>2</sup>/g atau carbon nanotubes yang memiliki luas permukaan 100 – 1000 m<sup>2</sup>/g. Pada sisi optis, *graphene* memiliki sifat yang unik dan luar biasa dimana dapat mentransmisikan cahaya sebesar >97,7% [16].

*Graphene* dapat di aplikasikan pada berbagai bidang seperti energi, *membrane*, komposit dan *coating*, biomedis, sensor, dan elektronik. *Graphene* dan komposisinya dapat digunakan sebagai semi konduktor karena *graphene* memiliki nilai konduktivitas yang sama dengan tembaga dengan konduktivitas panasnya yang mencapai lima kali dibandingkan dengan tembaga. *Graphene* memiliki nilai modulus young yang mencapai 1000 Gpa dengan rapat massa yang empat kali lebih kecil jika dibandingkan dengan tembaga, sehingga sifat ini

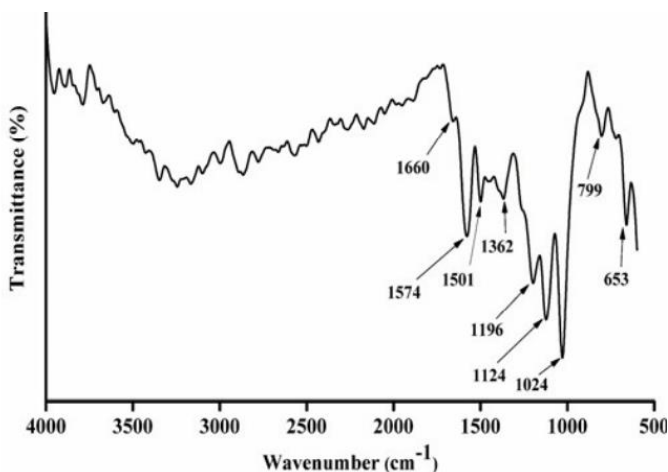
memberikan graphene kekuatan sebesar 200 kali dibandingkan dengan baja namun fleksibel. *Graphene* diyakini dapat menjadi bahan penyusun utama dari berbagai alotrop grafit [5].

## II.6 Karakteristik Gugus Fungsi Lignin

Untuk mengetahui gugus fungsi lignin, dilakukan analisa dengan *fourier transform infra-red* (FTIR). Lignin memiliki gugus fungsi yang tertera pada Tabel II.3 [17].

**Tabel II.3** Data Spektrum FTIR Lignin

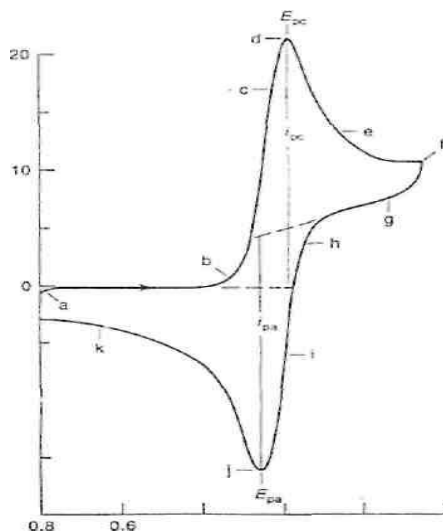
<b>Wavenumber (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Gugus Fungsi</b>
3410 – 3460	Grup hidroksil pada struktur fenol
2920 – 2938	Ikatan C-H pada grup metoksil aromatic
1720 – 1740	Ikatan C=O pada gugus keton, karbonil, dan ester
1675 – 1715	Ikatan C=O pada <i>p-substituted aryl</i> keton
1620	-C=O dari <i>pyruvate</i>
1505 – 1515	Ikatan C=C dari cincin aromatic
1460 – 1470	Asimetrik C-H pada CH <sub>2</sub> dan CH <sub>3</sub>
1370 – 1460	Asimetrik ikatan C-H dari grup metoksil
1422 – 1430	Asimetrik C-H pada -OCH <sub>3</sub>
1200 – 1300	Ikatan aromatik C-O
1268	Cincin <i>guaiacyl</i> , ikatan C-O pada lignin, ikatan C-O pada grup aromatik metoksil <i>guaiacyl</i>
1056,4 dan 1160,1	-C-O-C-O-C- <i>acetal</i> ; Ikatan C-H pada cincin G
1115 – 1128	Aromatik C-H untuk <i>syringyl</i> unit; alkohol sekunder
1004 – 1047	<i>Calkyl-O-ether</i> metoksil dan -O-4 pada <i>guaiacol</i>
915 – 925	Aromatik C-H
892	C <sub>1</sub> -H dari $\beta$ - <i>pyranose</i>
835 – 843	C-H pada posisi 2 dan 6 dari S unit



**Gambar II.4** Spektrum FTIR Serbuk Lignin oleh Chaudary

## II.7 Voltametri Siklik

Voltametri siklik merupakan teknik yang banyak digunakan untuk mendapatkan informasi tentang reaksi elektrokimia [18]. Voltamogram dari voltametri siklik diperoleh dari *scan* potensial melawan densitas arus pada kecepatan *scan* tertentu. Dari voltamogram siklik dapat diperoleh beberapa nilai parameter penting, seperti terlihat pada Gambar II.5, potensial puncak anoda ( $E_{pa}$ ) pada nilai puncak arus anoda ( $i_{pa}$ ) dan potensial puncak katoda ( $E_{pk}$ ) pada puncak arus katoda ( $i_{pk}$ ).



**Gambar II.5** Contoh Voltamogram, Voltametri Siklik dengan Sistem Reversibel

Instrumen yang digunakan pada metode voltametri siklik adalah peralatan Autolab potensiostatik dengan menggunakan tiga jenis elektroda, yaitu elektroda kerja (dalam penelitian digunakan lempengan *Nickel Foam* yang tertutup oleh sampel yang akan diuji); *counter* elektroda (dalam penelitian digunakan lempengan platina); dan elektroda pembanding Ag/AgCl.

## II.8 Penelitian Terdahulu

**Tabel II.4** Penelitian Terdahulu

No.	Peneliti	Metode	Hasil Penelitian
1	Snowdon, dkk (2014) [14]	Karbonisasi lignin pada <i>temperature</i> 600, 750, dan 900°C	<i>Carbon Purity</i> > 90%
2	Chatterjee dan Saito (2015) [13]	Karbonisasi lignin pada <i>temperature</i> 1000°C	<i>Carbon Purity</i> > 90%

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **III.1 Gambaran Umum**

Penelitian ini bertujuan untuk memurnikan alkali-lignin menjadi serbuk lignin dengan metode *precipitation* dan membuat karbon dari serbuk lignin sebagai bahan baku *graphite* dan *graphene* dengan metode kalsinasi (proses karbonisasi). Alkali-lignin didapat dari proses delignifikasi sabut kelapa, yaitu dengan mencampurkan NaOH di dalam reaktor delignifikasi dan dipanaskan di dalam *muffle furnace*. Selanjutnya alkali-lignin yang terbentuk dilakukan proses *precipitation*, yaitu mencampurkan alkali-lignin dengan HCl lalu diendapkan di dalam *centrifuge* hingga terbentuk endapan lignin. Endapan lignin yang telah terbentuk kemudian dicuci dengan aquades. Lalu dimasukkan ke dalam oven hingga menjadi serbuk lignin. Lalu dimasukkan ke dalam desikator untuk proses pendinginan. Sebagian serbuk lignin dilakukan analisa karakteristik gugus fungsi, kristalinitas, kinerja elektrokimia, luas permukaan, dan dekomposisi zat, dan sebagian lainnya lagi untuk proses selanjutnya (karbonisasi).

Pada proses karbonisasi, serbuk lignin dimasukkan ke dalam *tubular furnace* dengan dialiri gas nitrogen. Lalu didinginkan di dalam desikator. Kemudian karbon yang telah terbentuk dianalisa karakteristik gugus fungsi, kristalinitas, kinerja elektrokimia, morfologi, dan luas permukaannya seperti halnya pada serbuk lignin.

#### **III.2 Bahan Penelitian**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian karbonisasi lignin dengan metode *precipitation* dan kalsinasi antara lain:

1. Sabut Kelapa  
Fungsi : Bahan baku utama penelitian  
Sumber : Keputih, Sukolilo
2. NaOH  
Fungsi : Sebagai bahan delignifikasi sabut kelapa



Pembuat : Merck

3. HCl

Fungsi : Pereaksi alkali pada alkali-lignin agar terbentuk garam-lignin, sehingga lignin mudah dipisahkan dalam metode *precipitation*

Pembuat : Merck

4. Gas nitrogen

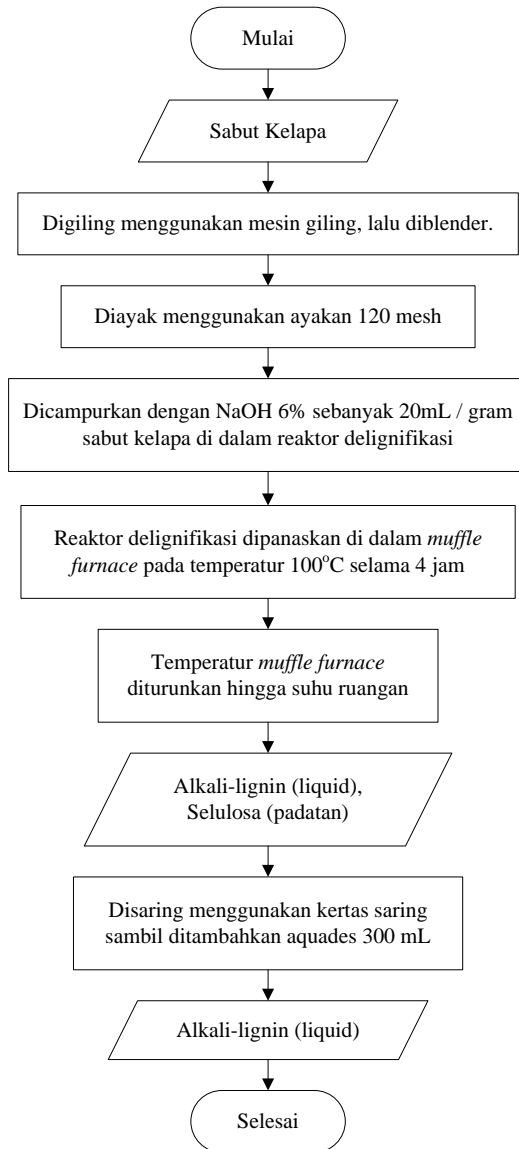
Fungsi : Sebagai *atmospheric gas* pada proses karbonisasi.

Sumber : PT. Samator Gas, Sidoarjo, Jawa Timur, Indonesia.

### III.3 Metodologi Penelitian

#### III.3.1 Proses Delignifikasi

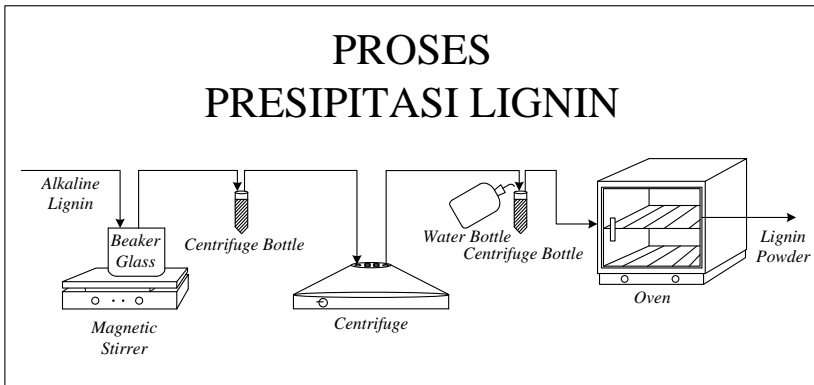
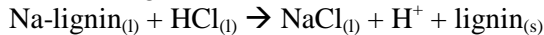
Gambaran umum proses delignifikasi dapat dilihat pada *block diagram* Gambar III.1. Langkah pertama adalah reduksi ukuran sabut kelapa secara mekanis. Sabut kelapa diperkecil ukurannya dengan menggunakan mesin giling. Sabut kelapa yang sudah digiling kemudian diblender, lalu diayak untuk dipisahkan berdasarkan ukuran partikel 120 mesh. Tahapan selanjutnya adalah delignifikasi. Untuk proses delignifikasi, 1 gram sabut kelapa masing-masing ukuran dicampurkan dengan NaOH 6% berat di dalam reaktor delignifikasi. Volume NaOH yang digunakan untuk delignifikasi yaitu sebesar 20 mL untuk 1 gram sabut kelapa. Reaktor delignifikasi kemudian dipanaskan di dalam *muffle furnace* pada temperatur 100°C selama 4 jam. Setelah waktu pemanasan selesai, temperatur *muffle furnace* diturunkan mencapai suhu ruangan. Lalu sabut kelapa yang telah didelignifikasi disaring menggunakan kertas saring sambil dilarutkan dengan aquades 300 mL.



**Gambar III.1** Block Diagram Proses Delignifikasi

### III.3.2 Proses Pemurnian Larutan Alkali-Lignin

Skema rangkaian alat untuk metode *precipitation* dapat dilihat pada Gambar III.2. Pada proses pemurnian dengan metode *precipitation*, pertama-tama mereaksikan Na-lignin dengan HCl 1,5 M dengan perbandingan 1:1. Kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Reaksi yang akan terjadi pada proses ini adalah sebagai berikut:



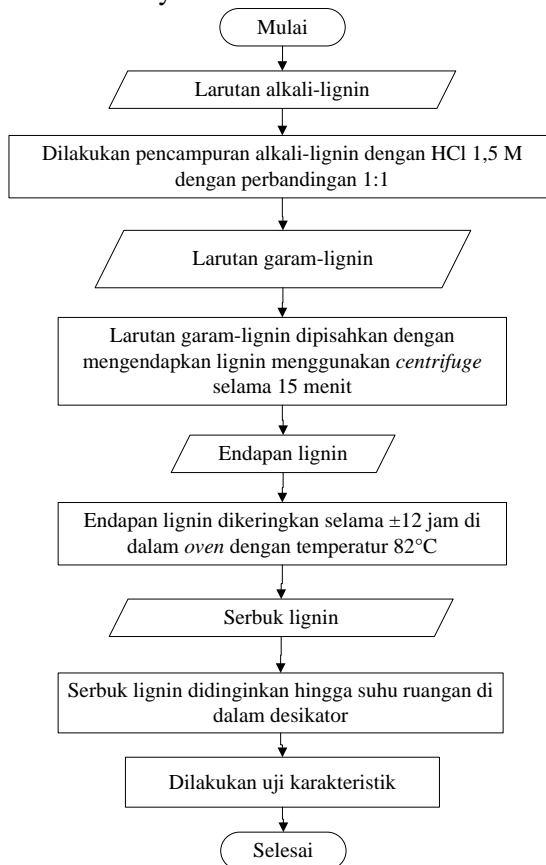
**Gambar III.2** Skema Peralatan Proses Pemurnian Lignin Menggunakan Metode *Precipitation*

Suspensi garam-lignin dimasukkan ke dalam tabung *centrifuge* yang kemudian dimasukkan ke dalam *centrifuge* selama 15 menit hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan atas adalah larutan NaCl dan lapisan bawah adalah endapan lignin. Larutan NaCl tersebut dibuang, kemudian aquades dimasukkan ke dalam tabung *centrifuge* yang masih terdapat endapan lignin untuk dilakukan proses pencucian.

Endapan lignin dan aquades yang berada di dalam tabung *centrifuge* dikocok hingga tercampur (hingga tidak terlihat adanya endapan lagi). Lalu dimasukkan ke dalam *centrifuge* selama 15 menit hingga terbentuk dua lapisan lagi. Lapisan atas adalah NaCl

yang lebih cair, dan lapisan bawah adalah endapan lignin. Proses ini dilakukan ulang dengan variabel pencucian 2 dan 4 kali.

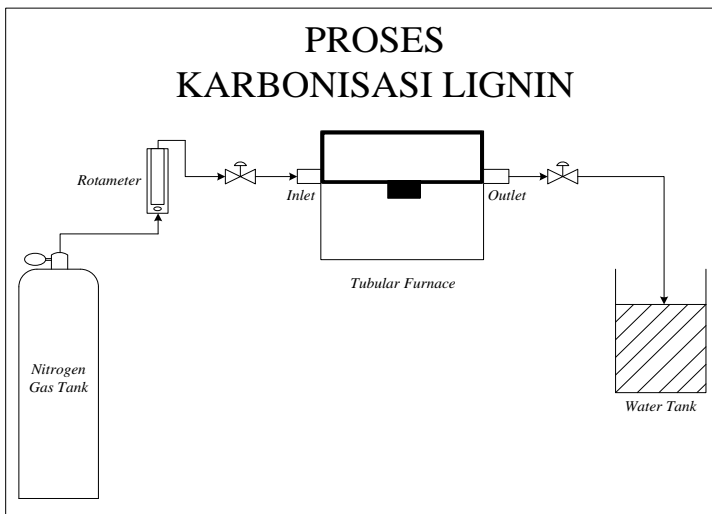
Setelah itu lapisan atas dibuang, sedangkan endapan lignin dimasukkan ke dalam *oven* pada suhu 80°C selama  $\pm 12$  jam agar aquades yang masih terdapat di lignin menguap sehingga dihasilkan serbuk lignin murni. Lalu serbuk lignin didinginkan di dalam desikator. Serbuk lignin yang telah dingin kemudian diujikan karakteristiknya.



**Gambar III.3** Block Diagram Proses Pemurnian Menggunakan Metode *Precipitation*

### III.3.3 Proses Karbonisasi Serbuk Lignin

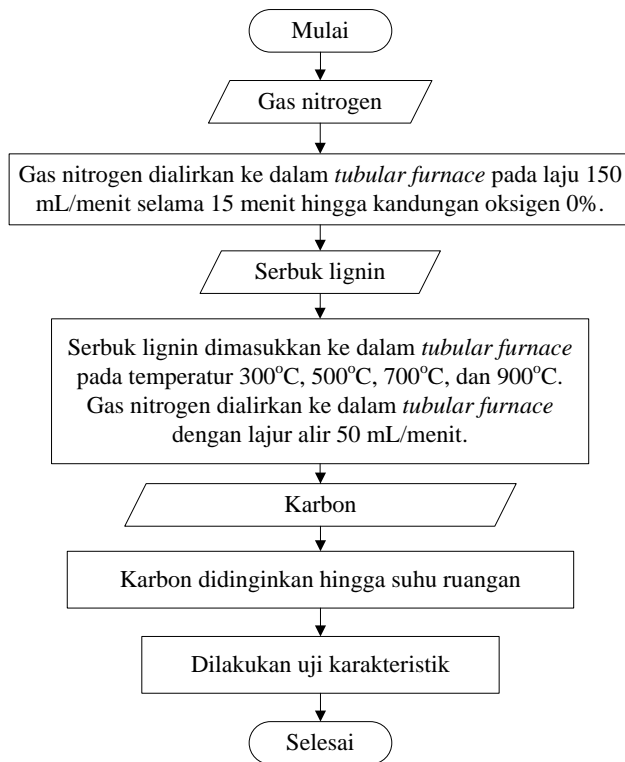
Pada proses kedua, yaitu karbonisasi serbuk lignin menjadi karbon, dilakukan di dalam *tubular furnace* yang terdiri dari silinder berdiameter dalam 2,54 cm dengan panjang silinder  $\pm 30,5$  cm yang diselubungi oleh batu tahan api. Skema rangkaian alat dapat dilihat pada Gambar III.4. Pada bagian *inlet* terhubung dengan tabung gas nitrogen beserta rotameter untuk mengatur laju gas yang keluar dari tabung, sedangkan pada bagian *outlet* terhubung dengan bejana berisi air yang berfungsi sebagai media absrobsi gas keluar dari *tubular furnace* dan terdapat *discharge valve* yang berfungsi untuk mengatur laju aliran gas keluar. Sampel yang akan dikarbonisasi diletakkan pada *combustion boat*. *Combustion boat* tersebut diletakkan pada bagian tengah *tubular furnace*.



**Gambar III.4** Skema Peralatan Proses Karbonisasi Serbuk Lignin

Sebelum proses karbonisasi, dilakukan proses *purging* dengan mengalirkan gas nitrogen pada laju 150 mL/menit selama 15 menit. Proses *purging* ini bertujuan untuk menghilangkan gas

oksigen yang ada. Proses karbonisasi pada lignin dilakukan pada temperatur 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C dengan laju alir gas nitrogen 50 mL/menit selama 1 jam hingga berubah menjadi karbon yang berwarna hitam. Setelah proses karbonisasi, karbon didinginkan hingga mencapai suhu ruangan kemudian dilakukan uji karakterisasi.



**Gambar III.5** Block Diagram Proses Karbonisasi Serbuk Lignin

### III.4 Karakterisasi Produk

Karakterisasi hasil penelitian dilakukan untuk mengetahui apakah tujuan penelitian dapat dikatakan berhasil atau tidak. Dalam hal ini, untuk menjawab rumusan masalah, dilakukan lima macam uji guna mendapatkan karakter dari hasil penelitian

diantaranya untuk mengetahui kristalinitas serbuk lignin dan karbon dengan analisa *X-Ray Diffraction* (XRD), untuk mengetahui luas permukaan dan porositas serbuk lignin dan karbon dengan analisa *Brunauer Emmett and Teller* (BET), untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung di dalam serbuk lignin dan karbon dengan analisa *Fourier Transform Intra-Red* (FTIR), untuk kinerja elektrokimia dari serbuk lignin dan karbon dengan analisa *Cyclic Voltammetry* (CV), untuk mengetahui dekomposisi lignin dengan analisa *Thermal Gravimetric* (TGA), dan untuk mengetahui morfologi karbon dengan analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

#### **III.4.1 Karakterisasi Kristalinitas Serbuk Lignin dan Karbon dengan Analisa *X-Ray Diffraction* (XRD)**

Karakterisasi kristalinitas lignin dan karbon dilakukan dengan menggunakan analisa XRD. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal tersebut akan membebaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya.

Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Kemudian, pola difraksi yang berupa posisi dan intensitas relatif puncak difraksi dibandingkan dengan pola difraksi standar allotrop karbon untuk mengetahui apakah bentuk material berupa amorf atau kristal. Untuk partikel yang berbentuk amorf, puncak XRD tampak landai, sedangkan jika partikel berbentuk kristal, puncak XRD tampak cukup tajam.

### **III.4.2. Karakterisasi Luas Permukaan dan Porositas Serbuk Lignin dan Karbon dengan Analisa Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen**

Karakteristik fisik lignin dan karbon meliputi *surface area*, volume pori, dan diameter pori dapat diketahui melalui analisa adsorpsi-desorpsi isothermis nitrogen pada titik didih nitrogen (77 K) menggunakan alat BET (*Brunauer-Emmet-Teller*) *Quantachrom type NOVA 1200e*. Perhitungan luas area spesifik dilakukan dengan metode BET. BET digunakan untuk karakterisasi permukaan suatu material yang meliputi *surface area* (SA, m<sup>2</sup>/g), diameter pori (D) dan volume pori (V<sub>pr</sub>, cc/g). Teori BET menjelaskan bahwa adsorpsi terjadi di atas lapisan adsorbat *monolayer*. Sebelum pengukuran, sampel di-*degasse* untuk menghilangkan kontaminan dalam sampel dengan aliran gas nitrogen (N<sub>2</sub>) pada suhu 300°C selama 3 jam.

### **III.4.3. Karakterisasi Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)**

Spektrofotometri FTIR (Transformasi Fourier Infra Red) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam serbuk lignin dan karbon yang dihasilkan. Pada dasarnya spektrofotometer FTIR sama dengan spektrofotometer IR *disperse*, bedanya adalah pengembangan pada sistem optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati sampel. Hal ini didasarkan pada atom-atom dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi. Bila radiasi infra merah yang kisaran energinya sesuai dengan frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkokan (*bending*) dari ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul dilewatkan dalam suatu cuplikan, maka molekul-molekul akan menyerap energi tersebut dan terjadi transisi diantara tingkat energi vibrasi dasar dan tingkat vibrasi tereksitasi. Namun tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap energi infra merah meskipun mempunyai frekuensi radiasi sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang mempunyai momen dipol dapat menyerap radiasi infra merah.



#### III.4.4 Karakterisasi Kinerja Elektrokimia Serbuk Lignin dan Karbon dengan Analisa *Cyclic Voltammetry* (CV)

Peralatan potensiostatik (AUTOLAB PGSTAT 302N) digunakan sebagai instrument untuk melakukan properti elektrokimia dalam jumlah kapasitansi. Serbuk lignin dan karbon dianalisa menggunakan metode CV, dari analisa CV bisa dihitung jumlah kapasitansi dengan menggunakan persamaan:

$$C_{sp} = \frac{i}{sm}$$

Dengan  $C_{sp}$  adalah spesifik kapasitansi (F/g),  $i$  adalah rata-rata arus katoda,  $s$  adalah laju potensial *scan*,  $m$  adalah total massa elektroda.

Cara uji kinerja elektrokimia adalah dengan mencampur secara merata serbuk lignin atau serbuk karbon dengan *polyvinylidenedifluoride* (PVdF) dan *n-methylpyrrolidone* (NMP) dalam rasio massa 7:1:2. PVdF sebagai binder yang berfungsi untuk merekatkan partikel lignin atau karbon ke lempeng *nickel-foam*. NMP berfungsi sebagai *solvent* untuk memproduksi pasta yang homogen. Pasta nanokomposit direkatkan secara tipis dan merata pada 1 sisi lempengan *nickel-foam* berbentuk persegi panjang ukuran 1 cm x 1 cm. Lempeng *nickel-foam* yang telah terlapisi pasta nanokomposit dimasukkan ke dalam oven selama  $\pm 12$  jam. Setelah kering, *nickel-foam* yang terlapisi pasta nanokomposit dijadikan sebagai elektroda kerja. Ag/AgCl dijadikan sebagai elektroda pembanding, dan platina dijadikan sebagai *counter electrode* pada pengukuran elektrokimia. Elektrolit yang digunakan adalah larutan elektrolit  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1 M.

Pengukuran voltametri siklik ini dilakukan berulang dalam 5 siklik pada rentang tegangan terpasang -1 V sampai 1 V pada temperatur ruangan menggunakan *scan rate* 0,01 V/s.

#### III.4.5 Karakterisasi Dekomposisi Serbuk Lignin dengan Analisa *Thermal Gravimetric* (TGA)

Untuk mengetahui hubungan antara penyusutan berat (dekomposisi) terhadap temperatur atau dengan kata lain

ketahanan lignin terhadap temperatur dapat dianalisa dengan *thermal gravimetric analysis* (TGA). Lignin dipanaskan hingga temperatur 900°C dengan dialiri gas inert, gas nitrogen, dengan *heating rate* 5°C/menit, dan dengan lempeng kerja platina.

#### **III.4.6 Karakterisasi Morfologi Partikel Karbon dengan Analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM)**

Dari analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*) ini dapat diketahui bentuk morfologi dari partikel yang dihasilkan dari karbon hasil kalsinasi lignin. Alat ini menggunakan JEOL JSM-6390 *series*.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

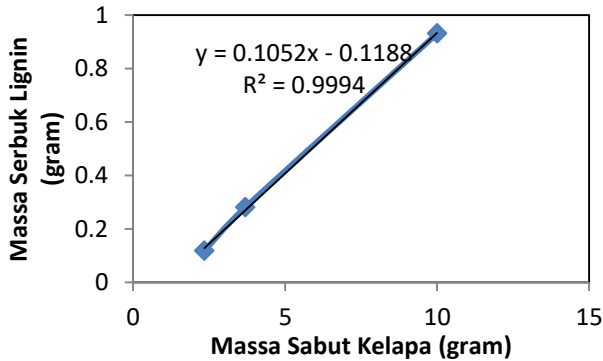
### IV.1 Massa Sabut Kelapa Terhadap Massa Lignin yang Terbentuk

Massa sabut kelapa yang digunakan adalah 2,3453 gram; 3,6914 gram; dan 10 gram. Volume larutan NaOH 6% yang digunakan dalam proses delignifikasi yaitu sebesar 20 mL untuk setiap 1 gram sabut kelapa. Sehingga volume larutan NaOH yang digunakan masing-masing adalah 47 mL; 74 mL; dan 200 mL. Setelah proses delignifikasi, ketiga variabel tersebut disaring sambil dicuci dengan aquades 300 mL. Lalu selanjutnya dimulai proses *precipitation*, yaitu larutan Na-lignin yang telah terbentuk ditambahkan dengan larutan HCl 1,5 M dengan perbandingan volume 1:1, sehingga didapat massa serbuk lignin yang dihasilkan masing-masing sebesar 0,1184 gram; 0,2810 gram; dan 0,9310 gram.

**Tabel IV.1** Data Kuantitatif Percobaan

No.	Sabut Kelapa (gram)	NaOH 6% (mL)	Aquades (mL)	Na-Lignin Terbentuk (mL)	HCl 1,5 M (mL)	Serbuk Lignin (gram)
1.	2,3453	47	300	300	300	0,1184
2.	3,6914	74	300	300	300	0,2810
3.	10,000	200	300	500	500	0,9310

Berdasarkan data tersebut, dibuat plot antara massa sabut kelapa (gram) dengan massa serbuk lignin yang dihasilkan (gram). Dari plot tersebut diinterpolasi sehingga didapatkan persamaan garis  $y = 0,1052 x - 0,1188$  dengan batas  $x > 1,1255$ .



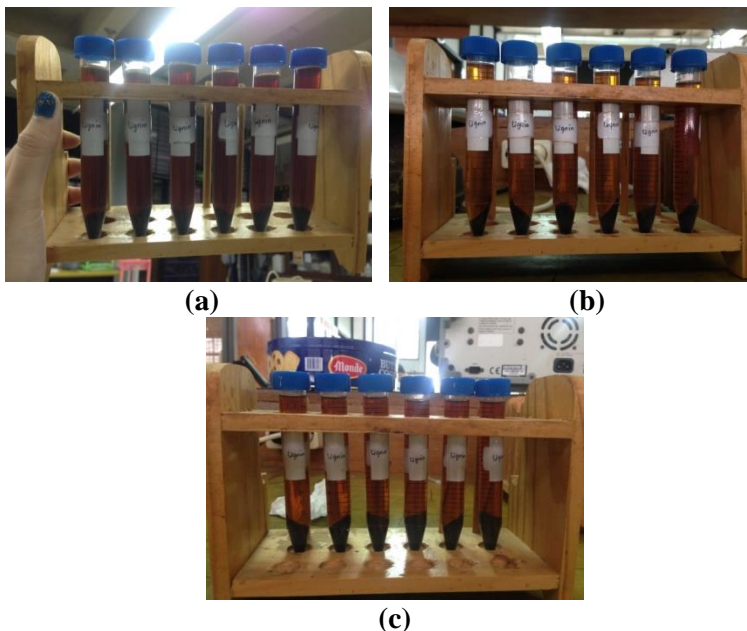
**Gambar IV.1** Grafik Massa Sabut Kelapa Terhadap Massa Serbuk Lignin

Berdasarkan grafik massa sabut kelapa terhadap massa lignin, dapat disimpulkan bahwa jumlah serbuk lignin yang terbentuk berbanding lurus dengan jumlah sabut kelapa yang digunakan.

Untuk mencapai kondisi ideal, perbandingan molaritas antara NaOH yang terkandung pada lignin harus sama dengan molaritas HCl yang ditambahkan. Sehingga tidak terdapat NaOH yang terkandung di dalam lignin lagi. Jika masih terdapat NaOH yang terkandung di dalam lignin, sifat serbuk lignin yang diperoleh akan basah jika disimpan di ruangan terbuka karena NaOH bersifat higroskopis.

Selain itu, tidak ada perubahan tampak fisik yang signifikan terhadap lama waktu pengendapan. Proses pengendapan berhenti pada waktu 15 menit. Hal ini ditunjukkan pada Gambar IV.2.

Maka dapat disimpulkan bahwa semakin banyak sabut kelapa yang digunakan, semakin banyak pula larutan HCl yang dibutuhkan. Jika kondisi variabel sabut kelapa 2,3453 gram dianggap ideal, maka volume HCl dan volume aquades yang harus ditambahkan adalah 6,4 mL HCl/mL NaOH.



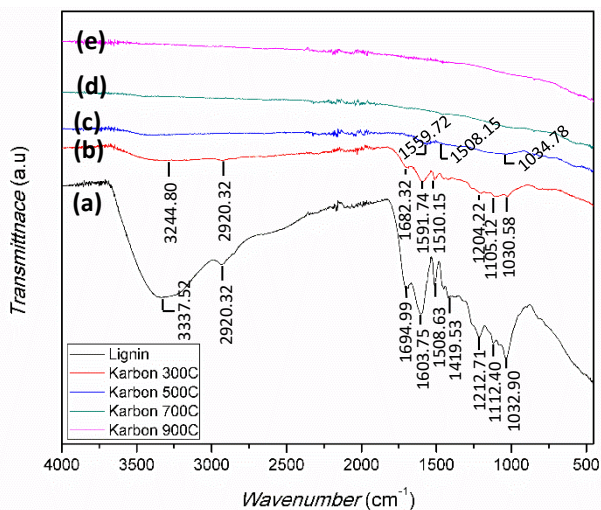
**Gambar IV.2** Tampak Fisik Tabung *Centrifuge* pada Waktu 10 Menit (a), 15 Menit (b), dan 20 Menit (c).

## IV.2 Gugus Fungsi Serbuk Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin

Untuk mengetahui gugus fungsi partikel yang dihasilkan, dilakukan analisa dengan *fourier transform infra-red* (FTIR). Karakteristik gugus fungsi lignin pada *softwood* ditunjukkan dengan adanya puncak pada *wavenumber* pada Tabel II.3.

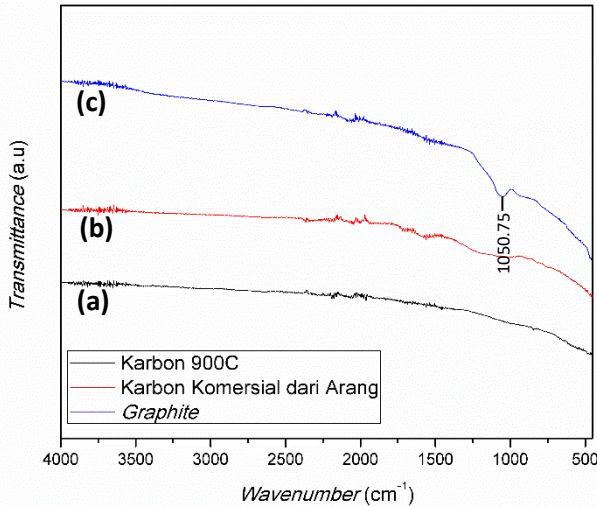
Spektrum FTIR dari sampel serbuk lignin ditunjukkan pada Gambar IV.3.a, dimana hasilnya tersebut mengindikasikan bahwa sampel sudah menunjukkan karakteristik lignin dengan adanya puncak pada *wavenumber*  $3337,52\text{ cm}^{-1}$ ;  $2920,32\text{ cm}^{-1}$ ;  $1694,99\text{ cm}^{-1}$ ;  $1603,75\text{ cm}^{-1}$ ;  $1508,63\text{ cm}^{-1}$ ;  $1419,53\text{ cm}^{-1}$ ;  $1212,71\text{ cm}^{-1}$ ;  $1112,40\text{ cm}^{-1}$ ;  $1032,90\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan spektrum gugus fungsi yang dimiliki oleh karbon hasil kalsinasi lignin pada

temperatur 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C ditunjukkan pada Gambar IV.3.b, c, d, dan e.



**Gambar IV.3** Spektrum FTIR Sampel Lignin (a), Karbon Hasil Kalsinasi Lignin pada Temperatur 300°C (b), 500°C (c), 700°C (d), dan 900°C (e) dengan Pencucian 2 Kali.

Gugus fungsi yang terikat pada lignin semakin hilang seiring bertambahnya temperatur kalsinasi. Pada temperatur 300°C, ikatan C-H grup metoksil hilang, sedangkan pada temperatur 500°C tinggal tersisa ikatan  $\text{C=O}$  pyruvate, ikatan  $\text{C=C}$  cincin aromatik, dan ikatan *alkyl-O-ether* metoksil. Jika dibandingkan dengan gugus fungsi yang dimiliki oleh *graphite*, karbon pada temperatur 900°C sudah hampir memiliki spektrum yang sama dengan *graphite* namun belum terdapat ikatan C-O pada wavenumber 1050,75 cm<sup>-1</sup>.

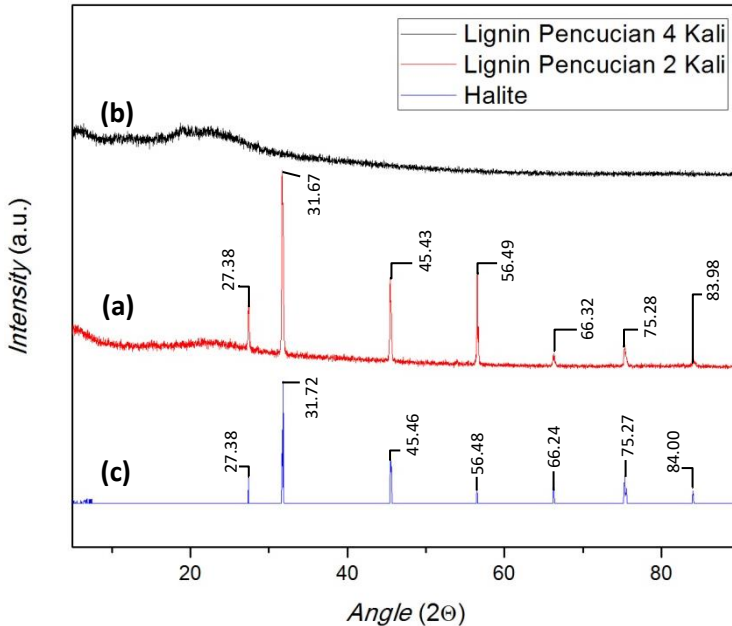


**Gambar IV.4** Spektrum FTIR Sampel Karbon 900°C (a), Karbon Murni (b), dan *Graphite* (c)

### IV.3 Pengaruh Pencucian dalam Proses *Precipitation* Terhadap Komposisi dan Struktur Kristal Produk

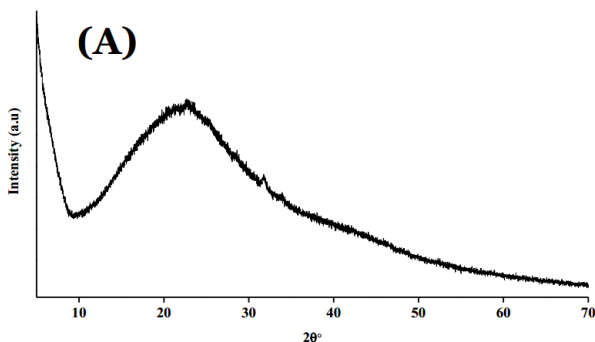
Untuk studi lebih lanjut mengenai komposisi dan struktur kristal sampel-sampel yang diperoleh, dilakukan analisa *X-Ray Diffraction* (XRD). Dalam proses *precipitation* untuk mendapatkan endapan lignin murni, proses pencucian penting dilakukan karena bertujuan untuk menghilangkan kandungan NaCl yang masih menempel atau terkandung di dalam endapan lignin. Dari hasil analisa XRD untuk sampel serbuk lignin dengan pencucian 2 kali, didapatkan pola grafik yang dapat dilihat pada Gambar IV.5.a. Terdapat 7 puncak pada sudut  $2\theta = 27,38$  ;  $31,67$  ;  $45,43$  ;  $56,49$  ;  $66,32$  ;  $75,28$  ; dan  $83,98$ . Sedangkan hasil analisa XRD untuk sampel serbuk lignin dengan pencucian 4 kali, didapatkan pola grafik yang dapat dilihat pada Gambar IV.5.b.





**Gambar IV.5** Pola XRD Serbuk Lignin dengan Pencucian 2 Kali (a), Pencucian 4 Kali (b), dan NaCl (c).

Jika pola XRD serbuk lignin pencucian 2 kali dan 4 kali dibandingkan dengan Pola XRD serbuk lignin murni yang diujikan oleh Richa Chaudhary [19] dari *Catalysis and Inorganic Chemistry Division of CSIR-National Chemical Laboratory, Pune, India*, yang terlihat pada Gambar IV.6, dapat disimpulkan bahwa pola XRD serbuk lignin dengan pencucian 4 kali lebih mendekati lignin murni. Hal ini disebabkan karena serbuk lignin dengan pencucian 4 kali berbentuk amorf, sedangkan serbuk lignin pencucian 2 kali memiliki kristal dengan puncak-puncak pada  $angle\ 2\theta = 27,38 ; 31,72 ; 45,46 ; 56,48 ; 66,24 ; 75,27 ;$  dan  $84,0$  yang menunjukkan bahwa masih terdapat kandungan lain yaitu NaCl [20]. Pola XRD NaCl ditunjukkan pada Gambar IV.5.c.



**Gambar IV.6** Pola XRD Lignin Murni

NaCl terbentuk dari reaksi samping pencampuran Na-lignin dengan HCl. NaCl larut dengan aquades sehingga pada pencucian 4 kali, lignin yang didapatkan lebih murni. Namun semakin banyak aquades yang dikontakkan dengan lignin, dapat membuat endapan lignin menjadi larut dengan aquades.

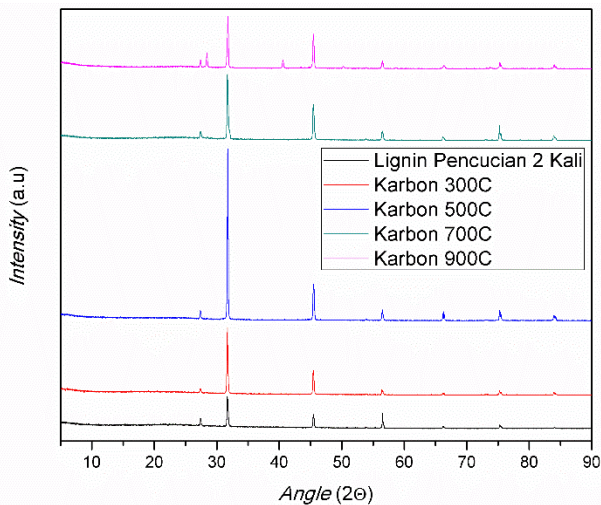
Hal tersebut disebabkan karena pergerakan molekul air atau aquades yang berefek kepada molekul lignin, dimana menyebabkan penurunan  $T_g$  (*glass transition temperature*) lignin, sehingga air atau aquades berperan sebagai *plasticizer* lignin [7]. *Plasticizer* adalah suatu zat yang dapat mendorong sifat plastis dan fleksibilitas, atau mengurangi tingkat kerapuhan zat lain.  $T_g$  adalah parameter titik (temperatur) dimana lignin berubah dari tekstur yang keras atau kaku menjadi kental.

Dengan melakukan pencucian sebanyak 4 kali, massa lignin berkurang sebesar 45,75% dari massa lignin yang didapat dengan pencucian 2 kali. Sehingga sebanyak 45,75% tersebut adalah massa lignin yang larut oleh aquades dan ikut terbuang.

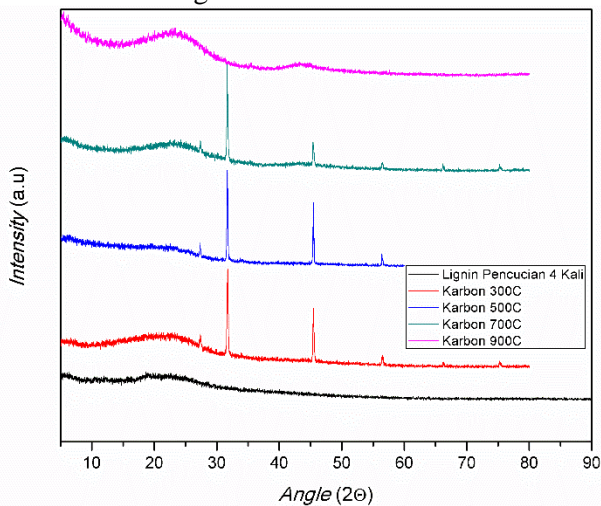
#### **IV.4 Analisa X-Ray Diffraction pada Karbon Hasil Kalsinasi Lignin**

Hasil analisa *x-ray diffraction* pada karbon hasil kalsinasi lignin pencucian 2 kali pada suhu 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C ditunjukkan pada Gambar IV.7. Sedangkan pada karbon

hasil kalsinasi lignin pencucian 4 kali ditunjukkan pada Gambar IV.8.

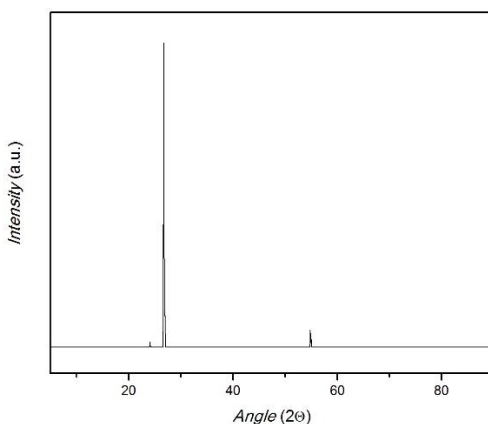


**Gambar IV.7** Pola XRD Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin Pencucian 2 Kali



**Gambar IV.8** Pola XRD Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin Pencucian 4 Kali

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan karbon yang dapat untuk dijadikan *graphite* atau *graphene*. Jika pola XRD karbon dibandingkan dengan pola XRD yang dimiliki oleh *graphite* yang ditunjukkan pada Gambar IV.9, karbon yang dihasilkan dari proses kalsinasi lignin tersebut belum memiliki karakteristik seperti *graphite* karena puncak *angle* yang terbentuk berbeda. Dimana *graphite* memiliki puncak tertinggi pada *angle*  $2\theta = 26,71$ . Sedangkan puncak tertinggi yang dimiliki karbon hasil kalsinasi adalah pada *angle*  $2\theta = 31,7$ . Puncak-puncak yang terbentuk pada karbon hasil kalsinasi sesuai dengan puncak pada NaCl.



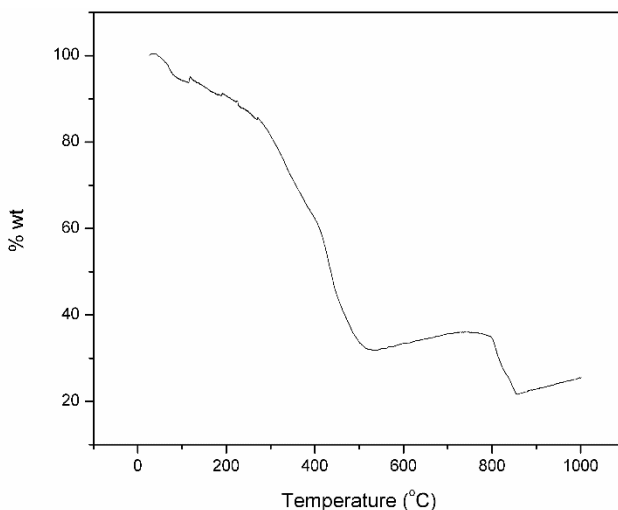
**Gambar IV.9** Pola XRD *Graphite* [20]

Dengan dilakukannya proses kalsinasi pada lignin pencucian 2 kali, karbon yang terbentuk pun masih mengandung unsur NaCl. Pada temperatur 900°C, intensitas kristal NaCl menurun. Sama halnya pada variabel pencucian 4 kali yang tidak terdapat puncak kristal sama sekali di temperatur 900°C.

#### **IV.5 Analisa Dekomposisi Lignin dengan *Thermal Gravimetric***

Pengujian *thermal gravimetric* dilakukan untuk mengetahui peruraian (dekomposisi) lignin dengan mengetahui

jumlah massa lignin yang terdekomposisi selama proses analisa. Analisa ini dilakukan dengan dialirkan gas nitrogen dan dengan laju pemanasan sebesar  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Dari analisa ini didapatkan grafik % penurunan massa terhadap temperatur yang ditunjukkan dalam Gambar IV.10. Pada gambar tersebut terlihat bahwa gugus C-O dan C-H pada cincin aromatik lignin mulai terdekomposisi di temperatur  $300^{\circ}\text{C}$  hingga temperatur  $500^{\circ}\text{C}$  [9]. Dekomposisi kedua yaitu pada temperatur  $800^{\circ}\text{C}$  hingga  $870^{\circ}\text{C}$  menunjukkan bahwa NaCl mulai terdekomposisi pada temperatur tersebut.



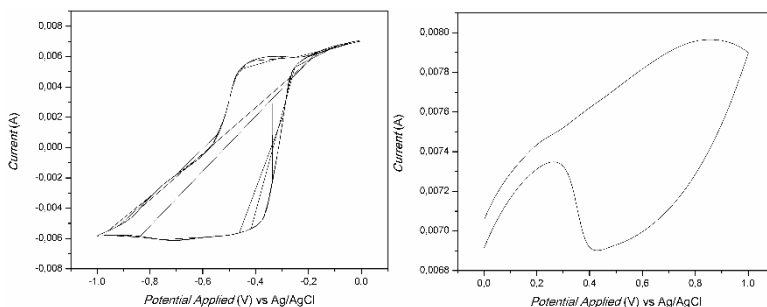
**Gambar IV.10** Kurva Dekomposisi Lignin menggunakan *Thermal Gravimetric Analysis*

#### **IV.6 Kinerja Elektrokimia Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin**

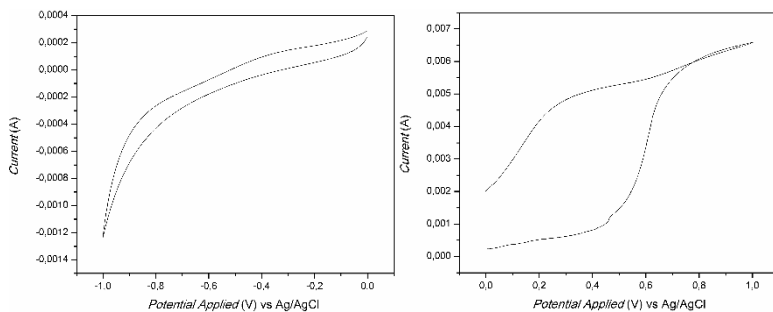
*Cyclic Voltammetry* (CV) dianggap sebagai suatu metode yang ideal untuk mengetahui properti elektrokimia suatu material dalam jumlah kapasitansi. Gambar IV.11 a, b, c, d, dan e menunjukkan voltamogram siklik positif (dalam rentang tegangan terpasang 0 sampai 1 V) dan negatif (rentang tegangan terpasang - 1 sampai 0 V) dari lignin pencucian 2 kali, karbon hasil kalsinasi

lignin pencucian 2 kali pada suhu 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C. Sedangkan Gambar IV.12 a, b, c, d, dan e menunjukkan voltamogram siklik positif dan negatif dari lignin pencucian 4 kali dan variasi karbon-nya.

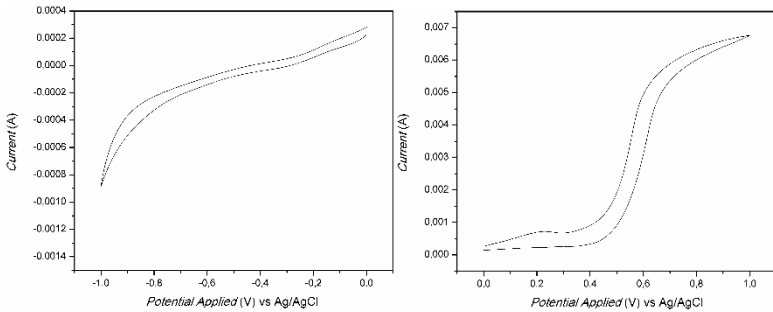
*Cyclic Voltammetry* diujikan pada temperatur ruangan menggunakan *scan rate* 0,01 V/s, dan dilakukan berulang dalam 2 siklus. Perhitungan kapasitansi yang digunakan yaitu pada siklus terbesar. *Cycle 1* digunakan untuk tegangan positif, dan *cycle 2* untuk tegangan negatif. Hal ini ditunjukkan pada Tabel IV.2.



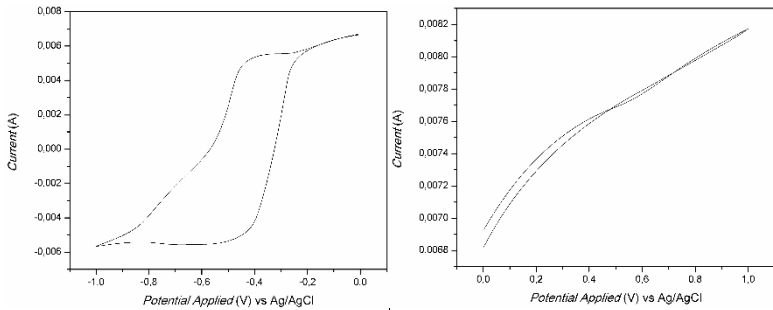
(a)



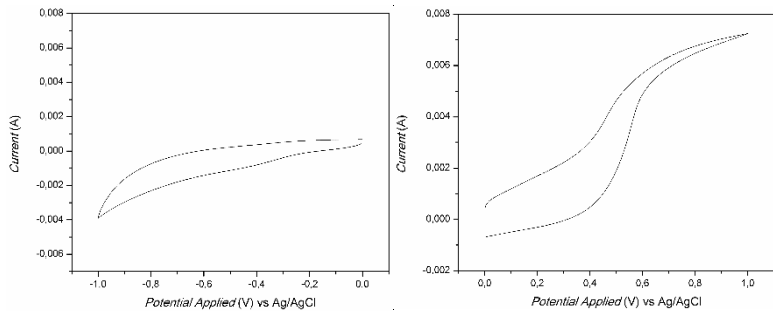
(b)



(c)

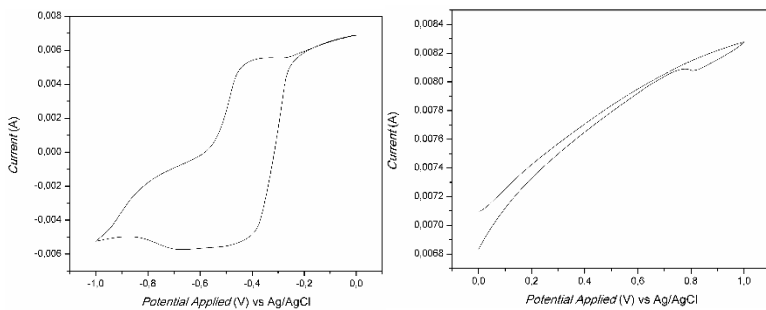


(d)

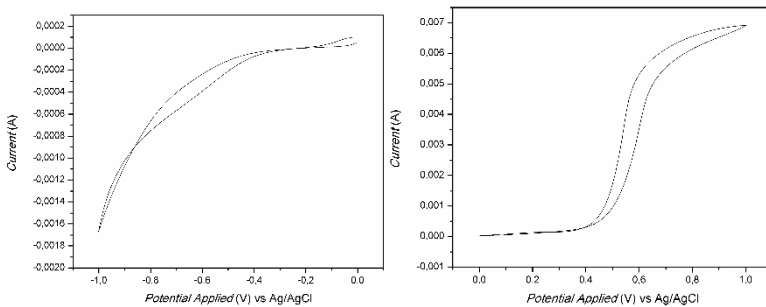


(e)

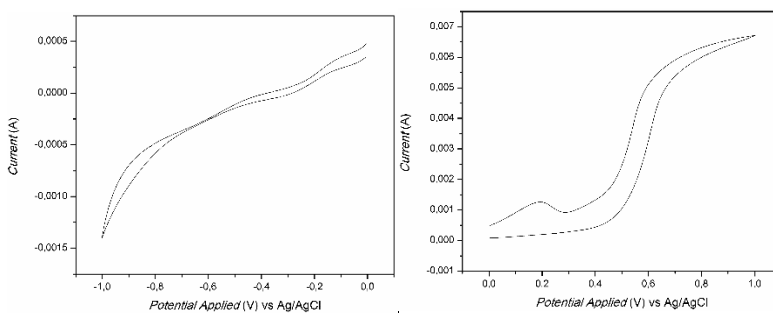
**Gambar IV.11** Voltamogram Tegangan Negatif (Kiri) dan Positif (Kanan) dari Lignin Pencucian 2 Kali (a), Karbon 300°C (b), Karbon 500°C (c), Karbon 700°C (d), dan Karbon 900°C (e).



(a)

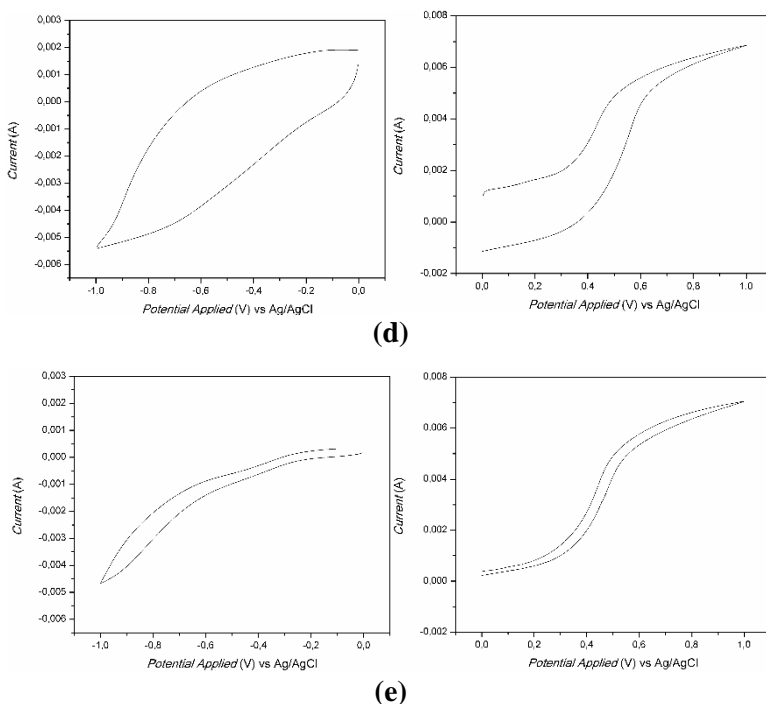


(b)



(c)





**Gambar IV.12.** Voltamogram Tegangan Negatif (Kiri) dan Positif (Kanan) dari Lignin Pencucian 4 Kali (a), Karbon 300°C (b), Karbon 500°C (c), Karbon 700°C (d), dan Karbon 900°C (e).

*Cyclic Voltammogram* yang didapat kemudian diukur, pengukuran dilakukan pada rangkaian yang simetris seperti pada rangkaian dasar untuk kapasitor seri. Hal yang diukur adalah kapasitansi-nya. Kapasitansi spesifik dapat dihitung berdasarkan grafik CV dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$C_{sp} = \frac{i}{sm} \quad (\text{mF/g})$$

Dimana “i” adalah arus rata-rata katodik (mA), “s” adalah *scan rate* (V/s), dan “m” adalah massa sampel yang dilekatkan pada nickel-foam (g).

Hasil perhitungan kapasitansi lignin dan karbon hasil kalsinasi lignin pencucian 2 kali dan pencucian 4 kali pada

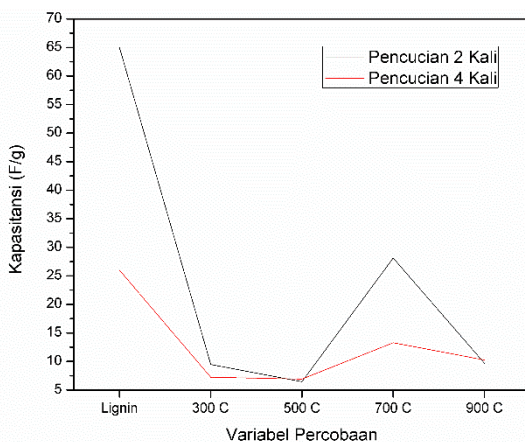
temperatur 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C di tegangan positif dan negatif ditunjukkan pada Tabel IV.2.

**Tabel IV.2** Kapasitansi Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin

No.	Variabel	Kapasitansi (F/g)					
		Pencucian 2 Kali			Pencucian 4 kali		
		Positif	Negatif	Total	Positif	Negatif	Total
1.	Serbuk Lignin	14,916	50,053	64,968	16,401	9,587	25,987
2.	Karbon 300°C	8,945	0,542	9,487	6,439	0,793	7,232
3.	Karbon 500°C	6,087	0,390	6,477	6,235	0,691	6,926
4.	Karbon 700°C	17,346	10,768	28,114	8,102	5,184	13,286
5.	Karbon 900°C	7,639	2,070	9,709	7,639	2,631	10,269

Berdasarkan data pada Tabel IV.2, dapat dilihat bahwa lignin sendiri (tanpa dikarbonisasi) memiliki kapasitas terbesar dari karbon-karbon lainnya. Lalu jika dibandingkan kapasitansi antara pencucian 2 kali dan pencucian 4 kali, dapat diperhatikan bahwa kapasitansi pencucian 2 kali lebih besar. Hal ini dapat dilihat pada Gambar IV.13.

Kapasitansi pada tegangan positif jauh lebih besar dibandingkan pada tegangan negatif. Kapasitor dengan bahan lignin variabel pencucian 2 kali memiliki total kapasitansi terbesar, yaitu sebesar 64,968 F/g. Sedangkan pada jenis karbon, kapasitansi terbesar yaitu pada karbon temperatur 700°C pencucian 2 kali sebesar 28,114 F/g.



**Gambar IV.13** Grafik Perbandingan Kapasitansi Pencucian 2 Kali dan Pencucian 4 Kali

Jika kapasitansi dari lignin pencucian 2 kali dibandingkan dengan kapasitor biasa dengan kapasitansi 0,0017 F/g, tampak perbedaan yang mencolok terhadap nilai kapasitansi spesifik yang diuji dengan *scan rate* rentang tegangan yang sama. Kapasitor dengan bahan lignin pencucian 2 kali mempunyai nilai kapasitansi spesifik sekitar 38217 kali lebih besar dari pada kapasitor biasa. Hal ini membuktikan bahwa kapasitor tersebut memiliki kemampuan lebih besar dalam menyimpan muatan listrik dari pada kapasitor biasa.

#### **IV.7 Analisa Luas Permukaan Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin**

Untuk mengetahui luas permukaan sampel dilakukan dengan analisa BET. Luas permukaan lignin dan karbon hasil kalsinasi lignin pada temperatur 300°C, 500°C, 700°C, dan 900°C ditunjukkan dalam Tabel IV.3. Kelima sampel tersebut sebelum dikalsinasi terlebih dahulu diayak dengan ayakan 230 mesh.

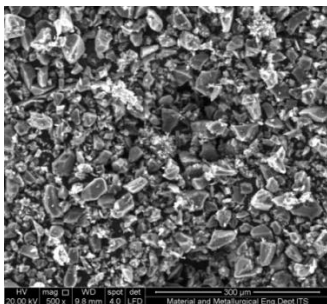
**Tabel IV.3** Luas Permukaan Lignin dan Karbon Hasil Kalsinasi Lignin

No.	Variabel	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g)	
		Pencucian 2 Kali	Pencucian 4 Kali
1.	Serbuk Lignin	7,037	76,125
2.	Karbon 300°C	61,483	2,972
3.	Karbon 500°C	45,000	102,482
4.	Karbon 700°C	30,635	123,789
5.	Karbon 900°C	157,621	214,721

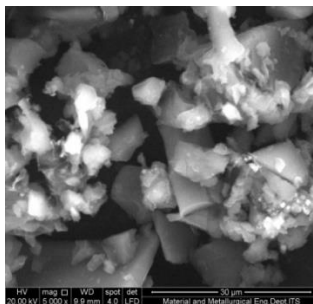
Dari data tersebut dapat disimpulkan bahwa karbon hasil kalsinasi lignin pada temperature 900°C memiliki luas permukaan terbesar yaitu 214,721 m<sup>2</sup>/g. Namun karbon yang terbentuk belum dapat dijadikan *graphite* atau pun *graphene* karena luas permukaannya yang jauh dari luas permukaan minimum *graphite* ( $\pm 1000$  m<sup>2</sup>/g) dan *graphene* ( $\pm 2500$  m<sup>2</sup>/g).

#### IV.8 Morfologi Partikel Karbon Hasil Kalsinasi Lignin

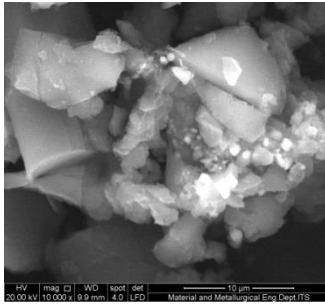
Untuk mengetahui morfologi partikel pada karbon hasil kalsinasi lignin, dilakukan analisa dengan menggunakan metode SEM. Hasil uji SEM dari partikulat karbon hasil kalsinasi lignin temperatur 900°C ditunjukkan pada Gambar IV.14. Morfologi yang diujikan hanya pada karbon 900°C karena memiliki luas permukaan terbesar. Pada gambar hasil SEM, menunjukkan bahwa bentuk partikel tidak seragam.



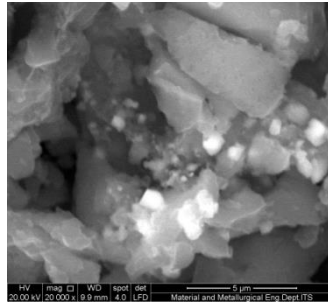
(a)



(b)



(c)



(d)

**Gambar IV.14** Hasil Uji SEM Karbon Hasil Kalsinasi Lignin Temperatur 900°C dengan Perbesaran 500x (a), 1.000x (b), 10.000x (c), dan 20.000x (d).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **V.1 Kesimpulan**

Dari penelitian ini, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Proses pemurnian alkali-lignin menjadi lignin murni dengan proses *precipitation* dapat dicapai dengan melakukan proses pencucian sebanyak 4 kali dengan aquades.
2. Karbon yang dihasilkan dari proses kalsinasi pada variabel pencucian 4 kali temperatur 900°C memiliki kesesuaian bentuk pola XRD dengan karbon murni, sedangkan total kapasitas terbesar dimiliki oleh lignin pencucian 2 kali sebesar 64,968 F/g, dan *surface area* terluas dimiliki oleh karbon temperatur 900°C variabel pencucian 4 kali sebesar 214,721 m<sup>2</sup>/g.

#### **V.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, disarankan untuk mengembangkan penelitian yang difokuskan untuk mencapai karbon dengan *surface area* minimal 995 m<sup>2</sup>/g untuk mendapatkan *surface area* seperti yang dimiliki *activated carbon*. Selain itu melakukan percobaan dari bahan baku yang lainnya seperti bagasse.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] G. Schramm, “A Practical Approach to Rheology and Rheometry,” *Rheology*, p. 291, 1994.
- [2] N. Smolarski, “High-Value Opportunities for Lignin: Unlocking its Potential Lignin potential,” *Frost & Sullivan*, pp. 1–15, 2012.
- [3] A. Duval and M. Lawoko, “A review on lignin-based polymeric, micro- and nano-structured materials,” *React. Funct. Polym.*, vol. 85, pp. 78–96, 2014.
- [4] I. A. Gilca, V. I. Popa, and C. Crestini, “Obtaining lignin nanoparticles by sonication,” *Ultrason. Sonochem.*, vol. 23, pp. 369–375, 2015.
- [5] S. C. Ray, *Applications of Graphene and Graphene-Oxide based Nanomaterials*. 2015.
- [6] M. Norgren and H. Edlund, “Lignin: Recent advances and emerging applications,” *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.*, vol. 19, no. 5, pp. 409–416, 2014.
- [7] S. Laurichesse and L. Avérous, “Chemical modification of lignins: Towards biobased polymers,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 39, no. 7, pp. 1266–1290, 2014.
- [8] D. S. Argyropoulos, “Catalysis and Activation of Oxygen and Peroxide Delignification of Chemical Pulps :,” *Symp. A Q. J. Mod. Foreign Lit.*, vol. 1, no. 2, pp. 2–43, 2001.



- [9] M. M. Nassar and G. D. M. MacKay, "Mechanism of thermal decomposition of lignin," *Wood Fiber Sci.*, vol. 16, no. 3, pp. 441–453, 1984.
- [10] G. Vázquez, G. Antorrena, J. González, S. Freire, G. Vazquez, and J. Gonzalez, "The Influence of Pulping Conditions on the Structure of Acetosolv Eucalyptus Lignins THE INFLUENCE OF PULPING CONDITIONS ON THE STRUCTURE OF ACETOSOLV EUCALYPTUS LIGNINS," *J. Wood Chem. Technol. J. J. Wood Chem. Technol. J. WOOD Chem. Technol.*, vol. 17, no. 2, pp. 277–3813, 1997.
- [11] A. Vishtal and A. Kraslawski, "Challenges in industrial applications of technical lignins," *BioResources*, vol. 6, no. 3, pp. 3547–3568, 2011.
- [12] V. R. Maliger, W. O. S. Doherty, R. L. Frost, and P. Mousavioun, "Thermal decomposition of bagasse: Effect of different sugar cane cultivars," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 50, no. 2, pp. 791–798, 2011.
- [13] S. Chatterjee and T. Saito, "Lignin-Derived Advanced Carbon Materials," *ChemSusChem*, vol. 8, no. 23, pp. 3941–3958, 2015.
- [14] M. R. Snowdon, A. K. Mohanty, and M. Misra, "A Study of Carbonized Lignin as an Alternative to Carbon Black,"

- pp. 1257–1263, 2014.
- [15] M. Kuzvart, “Industrial Minerals and Rocks in the 21st Century.”
  - [16] T. H. E. Royal, S. Academy, and O. F. Sciences, “Graphene: Scientific background on the Nobel Prize in Physics 2010,” *R. Swedish Acad. Sci.*, vol. 50005, no. October, pp. 0–10, 2010.
  - [17] V. K. Thakur and M. K. Thakur, “Recent advances in green hydrogels from lignin: A review,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 72, pp. 834–847, 2015.
  - [18] N. T. Berberova, E. V. Shinkar’, I. V. Smolyaninov, and V. F. Abdulaeva, “Anodic activation of hydrogen sulfide in reaction with cyclopentane,” *Russ. J. Gen. Chem.*, vol. 85, no. 4, pp. 998–1000, 2015.
  - [19] A. C. S. Catalysis, “Lignin Depolymerization into Aromatic Monomers over Solid Acid Catalysts Lignin Depolymerization into Aromatic Monomers over Solid Acid Catalysts,” no. September 2016, 2015.
  - [20] S. Scott, B. Jenkins, J. Dagenais, and R. Currier, “Search Sample Data Search References About RRUFF Contact Us Search RRUFF Sample Data,” vol. 2, pp. 1–17, 2010.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

## BIOGRAFI PENULIS



FAHMI REZA WIJANARKO dilahirkan di Tangerang pada Tanggal 31 Agustus 1995. Penulis merupakan anak pertama dari 2 bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SDN Ciputat VII Kota Tangerang Selatan, lalu SMPN 4 Kota Tangerang Selatan, lalu SMAN 2 Kota Tangerang Selatan. Pada tahun 2013, penulis menempuh pendidikan S1 di Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Penulis melakukan kerja praktiknya

di PT. Chandra Asri Petrochemical, Tbk. Penulis melakukan riset tugas akhirnya dengan judul “Karbonisasi Lignin sebagai Material *Graphite* dan *Graphene*” di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS dibawah bimbingan Dr. Widiyastuti, S.T., M.T. dan Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

E-mail : rezawijanarko@gmail.com

## BIOGRAFI PENULIS



DENINTA NUR IWANA dilahirkan di Cirebon pada Tanggal 19 Desember 1995. Penulis merupakan anak pertama dari 3 bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di SDS Al-Azhar 2 Batam, lalu SMPN 3 Batam, lalu SMAN 1 Batam hingga tahun 2010. Kemudian pada tahun 2011 pindah domisili ke Bogor dan melanjutkan sekolah di SMAN 1 Bogor. Pada tahun 2013, penulis menempuh pendidikan S1 di Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Penulis melakukan kerja praktiknya di PT. Chandra Asri Petrochemical, Tbk. Penulis melakukan riset tugas akhirnya dengan judul “Karbonisasi Lignin sebagai Material *Graphite* dan *Graphene*” di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS dibawah bimbingan Dr. Widiyastuti, S.T., M.T. dan Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.  
E-mail : deninta.iwana@gmail.com